

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT GENIE MECANIQUE

N° :



DOMAINE : SCIENCES ET TECHNOLOGIES

FILIERE : GENIE MECANIQUE

OPTION : TECHNIQUE DE PRODUCTION

INDUSTRIELLE

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

PAR : BELDJOUD NEDJMEDDINE & GHADBANE FATIH

Intitulé

L'impact du traitement écologique à base du bicarbonate de sodium sur les propriétés des fibres végétales

Devant le jury composé de:

Dr. MOUSSAOUI.N

UNIVERSITÉ DE MSILA

ENCADREUR

Mme. BEN HAMADOUC.H

UNIVERSITÉ DE MSILA

PRESIDENT

Mme. BENKHERBACHE.H

UNIVERSITÉ DE MSILA

EXAMINATEUR

Année universitaire : 2019/2020

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



Remerciement

On remercie le bon Dieu de nous avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir poursuivre nos études

*Avec tout mes respect, je remercie Mon encadreur **Mme .MOUSSAOUI. N** qui ont donnés tous les donnée scientifique idées, opinions et conseils dans tout les étapes de cette étude depuis qu'il était idée jusqu'à se qu'elle devienne un projet finale et sans oublier tout les professeures de l'université de Mouhamed boudiaf M'sila et particulièrement la faculté de science technique.*

Mes chère parents pour l'affection et le soutien morale durant mes années d'études et pour l'éducation qu'ils m'ont prodigué; avec tous les moyens et au prix de tous les sacrifices qu'ils ont consentis à mon égard, pour le sens du devoir qu'ils m' ont enseigné depuis notre enfance.



Dedicace

*Je dédie ce modeste travail à :
Mes très chers parents*

*A mes chers parents Ma mère, qui a oeuvré pour ma réussite,
de par son amour, son soutien,
tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils,
pour toute son assistance et sa présence
dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il,
l'expression de mes sentiments et de
mon éternelle gratitude. Mon père, qui peut être fier et trouver ici
le résultat de longues années
de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans
la vie. Atout ma famille pour l' amour et le respect
t qu'ils m'ont toujours accordé*

Résumé :

Ce travail a pour objet d'étudier la possibilité de traitement écologique à base du bicarbonate de sodium sur les propriétés des fibres végétales et recherche de solutions pour remédier au manque de compatibilité entre les renforts naturels et les matrices polymères. Cette étude regroupe un certain nombre d'aspects sur la préparation de matériaux à base de ressources renouvelables : composites biodégradables (fibres et matrices).et les Changements sur les propriétés mécaniques et la composition chimique des fibres se produit lorsque les fibres extraites sont traitées avec une Solution à 10% en poids de bicarbonate de sodium pour différents traitements et différentes températures. Il a été observé que les fibres traitées présentent des améliorations notables des propriétés mécaniques par rapport aux fibres non traitées.

Mots clés : propriétés mécaniques, composite, fibres végétales, extraction,

Abstract :

The purpose of this work is to study the possibility of ecological treatment based on sodium bicarbonate on the properties of plant fibers and search for solutions to remedy the lack of compatibility between natural reinforcements and polymer matrices. This study brings together a number of aspects on the preparation of materials based on renewable resources: biodegradable composites (fibers and matrices). And Changes in the mechanical properties and chemical composition of fibers occur when the extracted fibers are treated with a 10% by weight solution of sodium bicarbonate for different treatments and different temperatures. It has been observed that the treated fibers exhibit significant improvements in mechanical properties compared to untreated fibers.

Keywords: mechanical properties, composite, vegetable fibers, extraction

المخلص :

الهدف من هذا العمل هو دراسة إمكانية المعالجة البيئية باستخدام بيكربونات الصوديوم على خواص الألياف النباتية والبحث عن حلول لمعالجة عدم التوافق بين التعزيزات الطبيعية ومصفوفات البوليمر. تجمع هذه الدراسة عددًا من الجوانب المتعلقة بإعداد المواد بناءً على الموارد المتجددة: المركبات القابلة للتحلل (الألياف والمصفوفات). وتحدث التغييرات في الخواص الميكانيكية والتركيب الكيميائي للألياف عند معالجة الألياف المستخرجة باستخدام محلول 10% بالوزن من بيكربونات الصوديوم لعلاجات مختلفة ودرجات حرارة مختلفة. وقد لوحظ أن الألياف المعالجة تظهر تحسينات كبيرة في الخواص الميكانيكية مقارنة بالألياف غير المعالجة.

كلمات البحث : الخصائص الميكانيكية، المركبة، والألياف النباتية، استخلاص

Liste des figures

Chapitre I

Figure I-1. Classification des fibres naturelles et quelques exemples

Figure I-2: Structure du bois (observations multi échelles)

Figure I-3: Modèle de description de la structure d'une fibre végétale

Figure I-4: Molécule de la cellulose

Figure I-5 : Structure de la micro fibrille de cellulose

Figure I-6 : Structure d'un type de xyloglucane

Figure I-7 : Structure de base de lignine

Figure I-8 : Structures possibles de lignine

Figure I-9 : Organisation de la cellule végétale

Figure I-10 : Quelques applications des fibres végétales

Figure I-11: Application des composites à base des fibres végétales

Chapitre II

Figure II-1: La cellulose, Représentation chaise de β -glucopyranose

Figure II-2. Liaison chimique PP-g-AM/fibre cellulosique.

Figure II-3. Observation au microscope électronique à balayage de traitement par le NaOH des fibres de banane : (a) 2% ; (b) 10%.

Figure II-4: Rupture transverse de la matrice

Figure II-5: Rupture longitudinale de la matrice

Figure II-6: Décohésion fibre-matrice

Figure II-7 : Rupteur fibre

Figure II-8 : Mécanisme d'endommagement observé dans

Chapitre III

Figure III-1: Dispositif de mesure utilisé pour le test de traction

Figure III-2: Dispositif de mesure utilisé pour le test de flexion

Figure III-3: Appareil de calorimétrie différentielle à balayage

Chapitre IV

Figure IV1. Spectres FTIR de (a) RAW et (b) fibres de sisal traitées.

Figure IV2. Spectres FTIR pour les fibres de coco non traitées et traitées avec du bicarbonate de sodium

Figure IV3. Spectre FTIR (a) de fibres de coco et; fibres de coco traitées à (b) 8%, (c) 10% et (d) 12% de NaHCO₃ pendant 24 heures et fibres de coco traitées au NaHCO₃ à (e) 8%, (f) 10% et (g) 12% de NaHCO₃ pour 120 heures.

Figure IV4: la bande de caractéristiques FT-IR

Figure IV4. DRX de (a) fibres de coco et; fibres de coco traitées à (b) 8%, (c) 10%, (d) 12% de NaHCO₃ pendant 24 heures et fibres de coco traitées à (e) 8%, (f) 10%, (g) 12% de NaHCO₃ pour 120 heures.

Figure IV5 (a) Courbes TG et ATG des fibres Végétales ; (b) Courbes ATG de toutes les fibres de sisal.

Figure IV6. Courbes TGA et DTG pour : (a) la fibre de coco brute, (b) 24 h, (c) 96 h et (d) 168 h de traitement.

Figure IV7. Courbe de contrainte-déformation en traction typique pour les fibres RAW, T-24 h, T-120 h et T-240 h.

Figure IV8. Distribution de Weibull pour (a) la contrainte de traction et (b) le module d'Young de T-240 h fibres.

Figure IV9. Propriétés de traction des composites en fibre de fibre de coco: (a) résistance et (b) module. Graphique d'effet d'interaction du second ordre pour la résistance moyenne à la traction (c) et le module (d).

Figure IV10. Propriétés de traction des composites en fibre de fibre de coco: (a) résistance et (b) module. Graphique d'effet d'interaction du second ordre pour la résistance moyenne à la traction (c) et le module (d).

Figure IV-11. Résistance à la traction des fibres de fibre de coco brutes et NaHCO₃.

Figure IV12. Micrographie des composites fibre / époxy Sisal: (a) preuve du mécanisme d'extraction des fibres, (b) interface fibre / matrice.

Figure IV13. Propriétés de flexion des composites fibre de sisal-époxy.

Figure IV14 (a) Valeurs de résistance aux chocs pour les composites en fibre de coco et les matrices nettes. (b) Diagramme des effets d'interaction du deuxième ordre pour la résistance aux chocs.

Figure IV15. Valeurs de résistance au cisaillement interfacial pour la résine époxyde de fibre de sisal.

Liste des tableaux :

Tableau I -1(a) : Les caractéristiques physiques des fibres végétales les plus utilisées

Tableau I -1(b) : Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales

Tableau I -2 : Propriétés des pectines CP Kelco

Tableau III-1 : les normes des essais

Tableau III-2 : Protocole opératoire pour l'essai de calorimétrie différentielle à balayage

Tableau IV1 : Amélioration des propriétés de fibres.

Tableau IV-2 Paramètres statistiques caractéristiques des diamètres de fibres végétales

Tableau IV3 : Propriétés mécaniques des matrices

Table des Matières

Remerciement

Table des matières..... I
Liste des figures II
Liste des tableaux III
Introduction..... I

Chapitre I : Les composites à fibres végétales

I.1. Généralités.....3
I.2. Les fibres naturelles.....3
I-3. Les Fibres Végétales.....5
 I-3. 1. Définition de la fibre végétale.....5
 I-3.2. Classification des fibres végétales.....5
 I.3.3. Caractéristiques Physiques et Mécaniques des Fibres Végétales.....5
 I.3.4. Structure de la fibre végétale.....7
 I.3.5. Composition chimique des fibres végétales.....08
 I.3.5.1. La cellulose08
 I.3.5.2. L' hémicellulose.....09
 I.3.5.3. lignine.....10
 I.3.5.4. Les pectines.....11
 I.3.6. Organisation de la paroi végétale.....12
I.4. Méthodes d'extraction des fibres13
 I.4.1. Procédé physique13
 I.4.2 Procédé mécanique13
 a) La méthode manuelle.....13
 b) Méthode par laminage ou pressage.....13
 I.4.3. Procédé chimique.....13

<i>I.4.4. Procédé biologique</i>	14
a) <i>Rouissage au champ</i>	14
b) <i>Rouissage en étang</i>	14
c) <i>Rouissage enzymatique</i>	14
<i>I.5. Application des composites à base des fibres végétales</i>	15
a) <i>En automobile</i>	15
b) <i>En construction</i>	16
c) <i>Autres applications</i>	16
<i>I.6. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales</i>	18
<i>I.7. Conclusion</i>	19

Chapitre II : Adhésion fibre-matrice

<i>II.1. Introduction</i>	20
<i>II.2. Notion d'adhésion</i>	20
<i>II.3. Théories de l'adhésion</i>	21
II.1.1. <i>Théorie mécanique</i>	21
II.2.2. <i>Théorie thermodynamique ou mouillage</i>	22
II.2.3. <i>Théorie électrostatique</i>	22
II.2.4. <i>Théorie de la diffusion</i>	22
II.2.5. <i>Théorie chimique</i>	22
<i>II.3. Traitement des fibres</i>	22
II.3.1. <i>Méthodes chimique de modification de la surface des fibres</i>	23
II.3.1.1. <i>Oxydation</i>	23
II.3.1.2. <i>Estérification</i>	24
II.3.1.3. <i>Ethérification</i>	26
II.3.2. <i>Méthodes physique de modification de la surface des fibres</i>	27

II.3.2.1. Traitement plasma.....	28
II.3.2.2. Traitement corona.....	28
II.3.3.3. Le traitement thermique de séchage.....	29
II.3.3.4. Le traitement laser.....	30
II.4. Caractérisation de l'adhésion, de l'interface et des surfaces.....	30
II.4.1. Les techniques microscopiques	31
II.4.2. Autres techniques de caractérisation.....	31
II.5. Mécanismes d'endommagement	32
II-5-1 Introduction	32
II-5-2 Les divers mécanismes de rupture dans un composite unidirectionnel.....	32
II-5-3 Microfissuration matricielle.....	33
II-5-4 Décohésion fibre matrice.....	34
II-5-6 Rupture de fibre.....	35
II-5-7 Délaminage.....	36
II.6. Conclusion.....	38

Chapitre III : Techniques de caractérisation

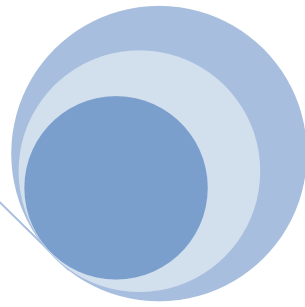
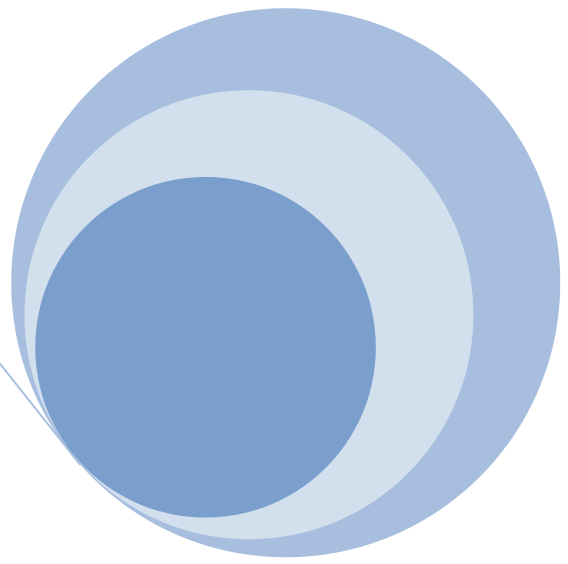
III.1. introduction	39
III.2. Les analyses spectrales	39
III.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF).....	39
III.2.2. Diffraction des rayons X (DRX).....	40
III.3. Analyse morphologique (MEB).....	41
III.4. Essais mécaniques.....	42
III.4.1. Essai de traction.....	42

III.4.1.1. Module d'élasticité:	42
III.4.1.2. Contrainte à la rupture:	42
III.4.1.3. Allongement à la rupture:	42
III.4.2. Test de choc	43
III.4.3. Essais de Flexion	44
III.5. L'essai thermique	45
III.5.1. Caractérisation thermique par l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)	45
III.5.2 L'analyse thermogravimétrique (ATG)	47
III.6. Test d'absorption d'eau	47
III.7. Caractérisation rhéologique	48
III.8. Conclusion	49

Chapitre IV

IV.1. introduction	50
IV.2. L'analyse physique des différentes fibres traitées	50
IV.2.1. Mesure de La densité et le Diamètre	50
IV.3. L'analyse chimique des différentes fibres	51
IV.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF)	51
IV.3.2. Diffraction des rayons X (DRX)	57
IV.4. L'analyse thermique des différentes fibres	59
IV.4.1. L'analyse thermogravimétrique (ATG)	59
IV.5. L'analyse mécanique des différentes fibres	62
IV.5.1. Essai de traction des fibres	62
IV.5.2. Test de flexion sur les composites	67

<i>IV.5.3. Essai de choc</i>	69
<i>IV.6. Effet du traitement au Na₂CO₃ sur l'absorption d'eau caractéristique</i>	71
<i>IV.7. Conclusion</i>	73
<i>Conclusion générales</i>	75



Introduction
générales



Introduction générale :

L'apparition des nouveaux matériaux en résine renforcée par des fibres naturelles est une innovation dans le domaine des matériaux. ces derniers sont appelés les composites ou plutôt bio-composites, c'est des matériaux assez développés et bien impliqués dans de plusieurs secteurs industriels telles que l'aérothermique, l'automobiles, le bâtiment. Toutefois, face à des exigences environnementales et économiques sévères, l'usage de renforts ligno-cellulosiques (fibres végétales) dans les composites à matrice organique apparaît aujourd'hui comme une bonne alternative.

L'intérêt pour ces fibres réside dans leurs bonnes propriétés physiques et biologiques : abondance, biodégradabilité, renouvelable et faible coût de revient. Certain nombre de produits commencent à immergés sur le marché (balustrades, bardage, palettes, fenêtres ...). Ces dernières années, la recherche est dirigée pour comprendre les mécanismes qui les gèrent afin d'anticiper de nouvelles applications et des composites plus performants. Plusieurs fibres naturelles sont proposées comme substituts aux fibres classiques, parmi lesquelles le chanvre, le lin, le jute (en Europe) ou encore le palmier dattier en Algérie, l'halfa et le palmier nain (en Afrique). Nous nous intéresserons dans ce mémoire aux fibres des plantes les plus abondantes dans notre pays. L'Algérie est parmi les pays qui disposent de ressources inépuisables en fibres végétales (Fibres de Palmier, d'halfa, de Luffa ...). Leur valorisation dans le domaine pratique, entre autres, dans les matériaux de construction, est encore peu exploitée.

En effet, les travaux annuels d'entretien des palmiers produisent des quantités importantes de déchets composés essentiellement de palmes de palmiers dattiers et d'autres fibres végétales qui peuvent être utilisés comme renfort fibreux dans les composites. Nous tenterons par notre étude de valoriser ces fibres. d'améliorer leurs propriétés par des traitements mécaniques et chimiques et de proposer leur utilisation comme renfort dans les biomatériaux composites à base de polymère.

Les phénomènes à l'interface fibre/matrice sont particulièrement importants : par exemple, il existe un problème récurrent de compatibilité, a priori, entre les fibres végétales hydrophiles et la plupart des matrices qui sont généralement hydrophobes. Les propriétés rhéologiques et mécaniques des composites étant fortement liées aux propriétés à l'interface, une mauvaise interface aura des conséquences néfastes sur les performances du matériau. Pour modifier et contrôler cette interface, il est possible d'agir soit sur la matrice polymère, soit sur les fibres, au moyen de méthodes physiques ou chimiques.

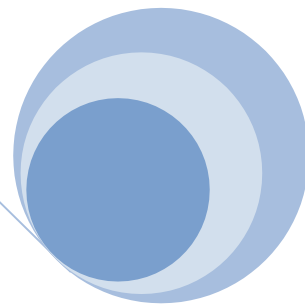
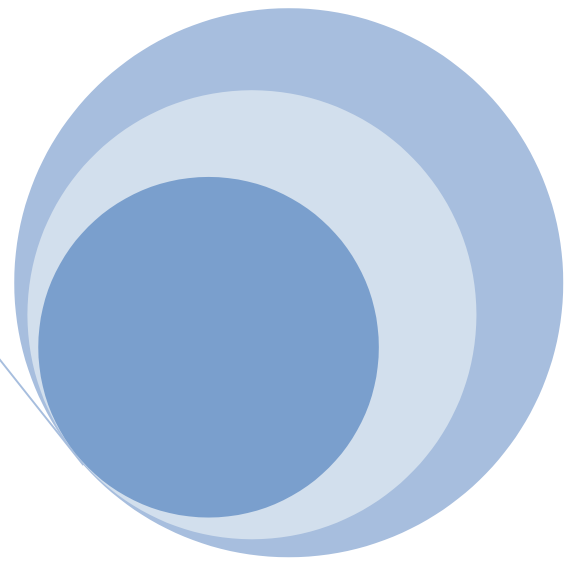
Ce mémoire se scinde en quatre chapitres :

Le premier, « *Les composites à fibres végétales* », est entièrement consacré à la recherche bibliographique. Il présente les notions fondamentales des composites renforcés par des fibres végétales, à savoir les propriétés des principaux types de fibres qui pourraient s'utiliser en Algérie dans les domaines de la fabrication.

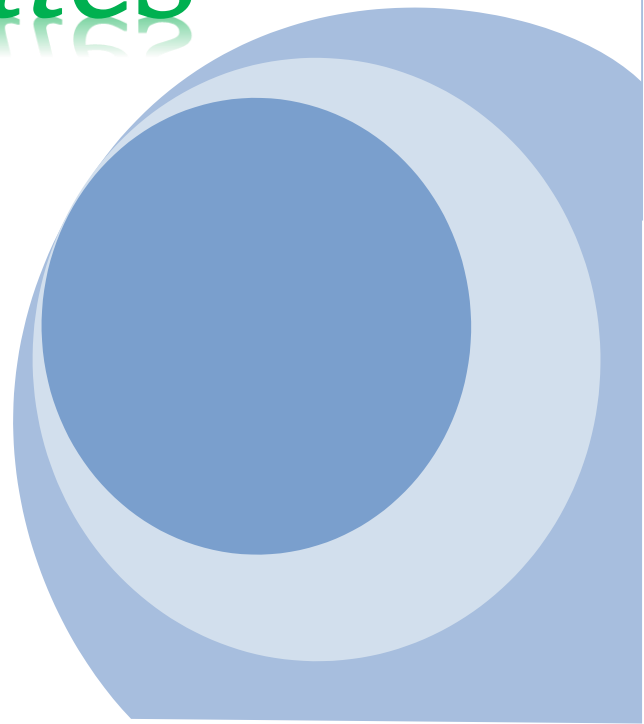
Le deuxième chapitre « *Adhésion fibre-matrice* » nous présenterons une description des différentes méthodes de modifications de surface du renfort fibreux. Nous examinerons leurs principaux effets physico chimiques ainsi que leurs apports sur les propriétés physico mécaniques et thermiques du matériau composite .

Le troisième chapitre « *Techniques de caractérisation des matériaux composite* », Cette partie décrit les différentes techniques utilisées pour la caractérisation mécanique, morphologique et physicochimique des matériaux.

Le quatrième et dernier chapitre « *review* » Ce chapitre examine et analysée les dernières tendances publiées dans le contexte des traitements des fibres végétales avec bicarbonate de sodium tout en fournissant un aperçu des fibres naturelles pour les -composites, avec la se concentrer sur les propriétés et défèrent technique utilisé dans cette Domain



Chapitre I :
Les composites à
fibres végétales



Les composites à fibres végétales

I.1. Généralités :

Un matériau composite est constitué d'un ensemble de fibres résistantes noyées dans une matrice dont les propriétés mécaniques sont nettement plus faibles. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du composite et le transfert des efforts aux fibres [1].

L'utilisation de fibres naturelles, et en particulier de fibres végétales comme renfort de matériaux composites, présente deux principaux avantages. Tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions du dioxyde de carbone CO₂ et demandant peu d'énergie pour être produites [2].

Aujourd'hui, la transition vers une économie durable et plus respectueuse de l'environnement s'effectue tout d'abord par un changement dans les cultures des plantes, la consommation alimentaire, la production d'énergie, la quête de ressources renouvelables, ainsi que l'incitation aux cultures non vivrières, afin de réduire la production pétrochimique et l'émission des gaz à effet de serre. C'est dans cette perspective que l'intérêt pour les fibres ligno-cellulosiques provenant de tissus végétaux s'est accru, tenant compte du fait qu'elles constituent des ressources renouvelables. Ces dernières se voient ainsi très prometteuses pour la transition vers une économie durable [3].

I.2. Les fibres naturelles :

Les fibres naturelles peuvent être classées selon leur origine. Il est donc possible de distinguer trois grandes familles [2]:

- Les fibres végétales: elles se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles, de troncs ou d'écorces de fruits (sisal, chanvre de manille, noix de coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok);

Chapitre I : Les composites à fibres végétales

- Les fibres animales: elles peuvent émaner des poils (toison animale) ou encore des sécrétions (soie);

- Les fibres minérales (amiante).

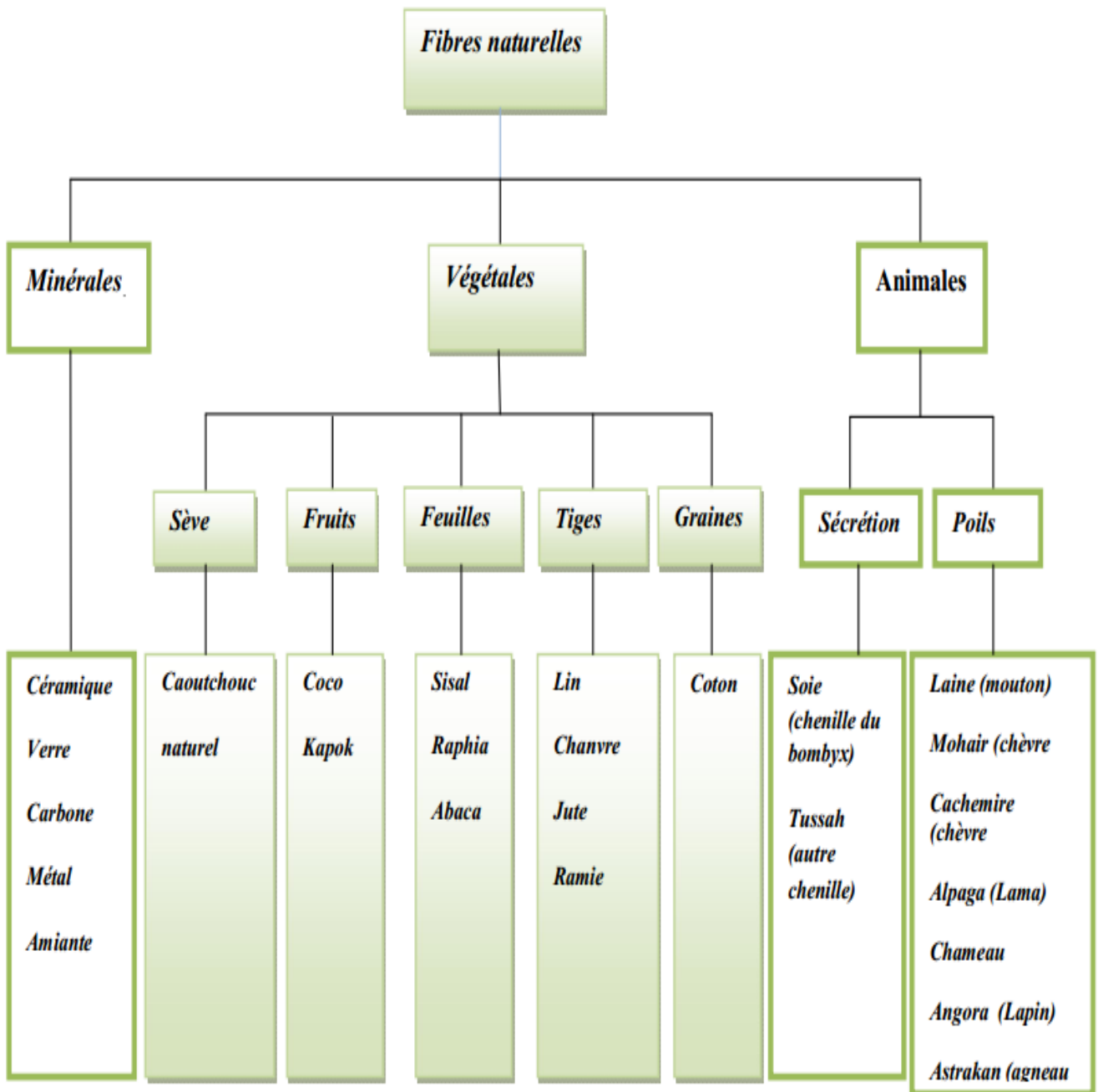


Figure I-1. Classification des fibres naturelles et quelques exemples [4]

I-3. Les Fibres Végétales

I-3.1. Définition de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [5,6]. Ils sont assimilables à un empilement de plis dont la structure est constituée d'une lamelle mitoyenne, d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire.

I-3.2. Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres :

⇒suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kéna, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abaca, paille de graminée) [5].

⇒Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kéna, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [6].

⇒Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine. Et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [5].

I.3.3. Caractéristiques Physiques et Mécaniques des Fibres Végétales

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre sa densité et son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité. Les propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales ont été traitées par beaucoup de chercheurs [7].

Tableau N°1(a) : Les caractéristiques physiques des fibres végétales les plus utilisées [8].

Fibre	Diamètre (mm)	Densité (g /cm3)	Teneur en eau à l'état naturel (%)	Absorption d'eau après 5 min (%)	Absorption d'eau à la saturation (%)
Sisal	1.5	1.5	10.97-14.44	89.30	92
	1.37 0.75-	1.37 0.75-		67-92	190-250
	1.07	1.07			
Noix de coco	-	1.2	-	43.20	80.40
	1.2	1.17		22.28	85-135
	0.11-0.53	0.67-1.00		11.44-15.85	

Tableau N°2(b): Les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales[8].

fibres	Densité (g/cm3)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)
Cotton	1.5-1.6	7.0-8.0	587-597	5.5-12.6
Jut	1.3	2.5-1.8	393-733	26.5
Lin	1.5	2.7-3.2	345-103	--
Chanvre	--	1.6	690	61.4-128
Ramie	--	3.6-3.8	400-938	--
Sisal	--	2.6	278	15.2
	1.37	5.2	263	10.94-26.70
	0.75-1.07	2.08-4.08	577.50	9.4-22.00
Noix de coco	1.2	30.0	175	4.0-6.0
	1.17	37.7	107	208
	0.67-1.00	13.7-41.0	174	2.5-4.5

I.3.4. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille cellulosesiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) [9]

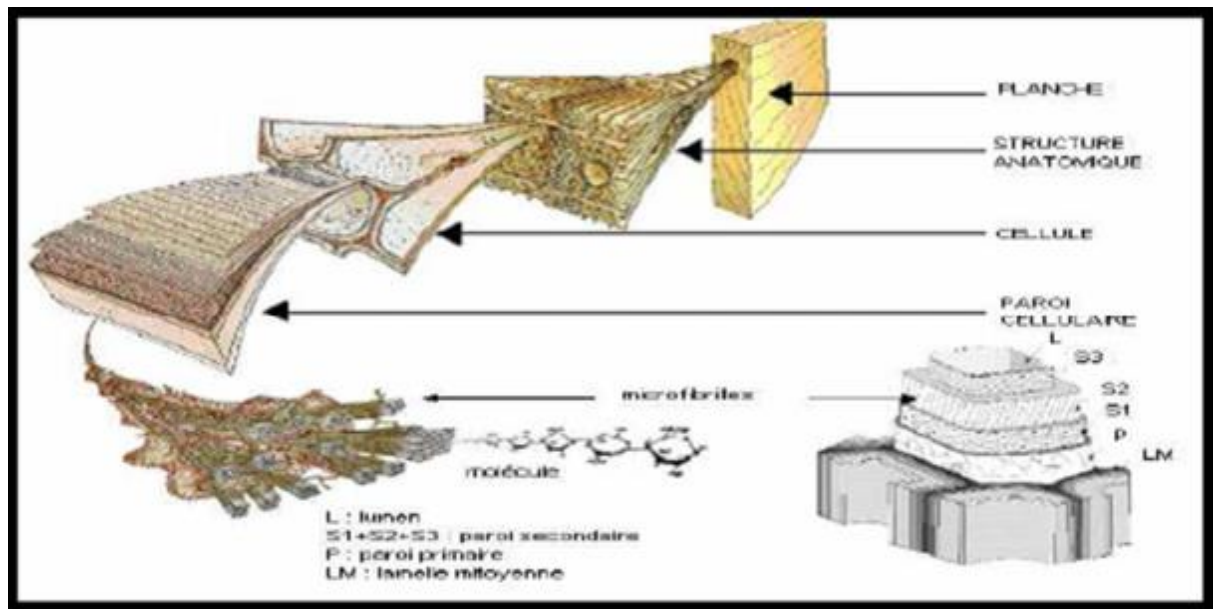


Figure I-2: Structure du bois (observations multi échelles)

Les micros fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des micros fibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des micros fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [9]

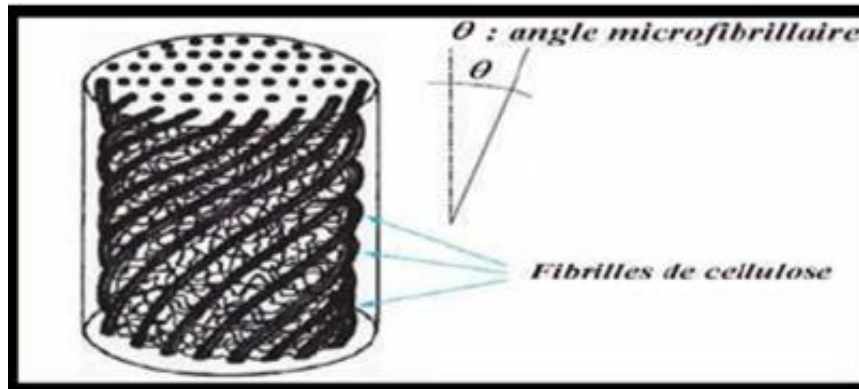


Figure I-3: Modèle de description de la structure d'une fibre végétale

I.3.5. Composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétales est formée de plusieurs constituants ligno cellulosiques et organiques :

I.3.5.1. La cellulose :

La cellulose est un polymère naturel dont les molécules, formées de longues chaînes, sont constituées de D-anhydroglucopyranoses liés par des liaisons β -(1,4)-glycosidiques en position C1 et C4 (**Figure I-4**). Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale. Chaque unité de répétition comporte trois groupes hydroxyles. Ces groupes hydroxyles et leur capacité à réaliser des liaisons hydrogène jouent un rôle majeur pour la cristallinité [10].

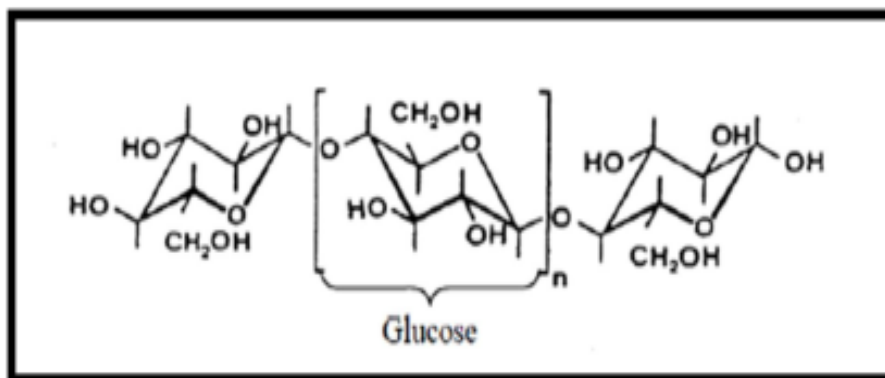


Figure I-4: Molécule de la cellulose

Les chaînes de cellulose sont rassemblées en structures basiques appelées micro fibrilles (**Figure I-5**) qui ont des diamètres de 2 à 20 nm. Chaque micro fibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes. Contrairement aux autres composants des fibres qui possèdent une structure amorphe, la cellulose possède en effet une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer aux 75 GPa de la fibre de verre.

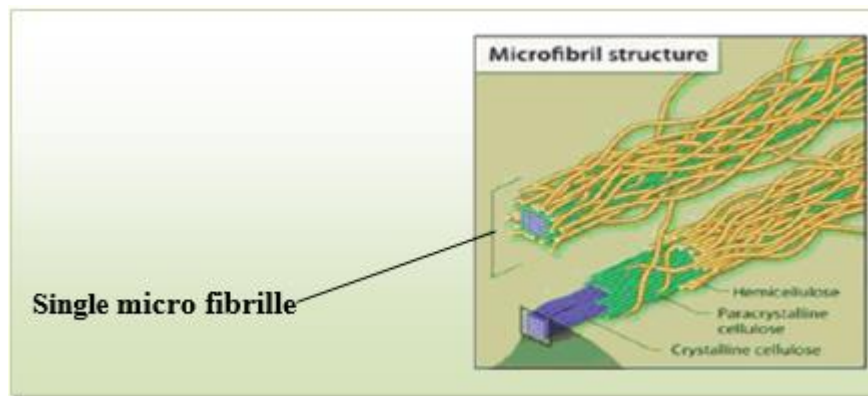


Figure I-5 : Structure de la micro fibrille de cellulose

Les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité de liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Malgré la présence de groupements fonctionnels hautement réactifs que sont les hydroxyles, la cellulose réagit difficilement. La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophile, propriété qui est à l'origine, pour les fibres exploitées, de leur grand confort en tant que fibres textiles. Dans les conditions normales d'utilisation, elle peut contenir jusqu'à 70% d'eau plus ou moins liée. [10].

I.3.5.2. L' hémicellulose

L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres, est un polysaccharide à chaîne courte ramifiée et repliée sur elle-même. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance [11].

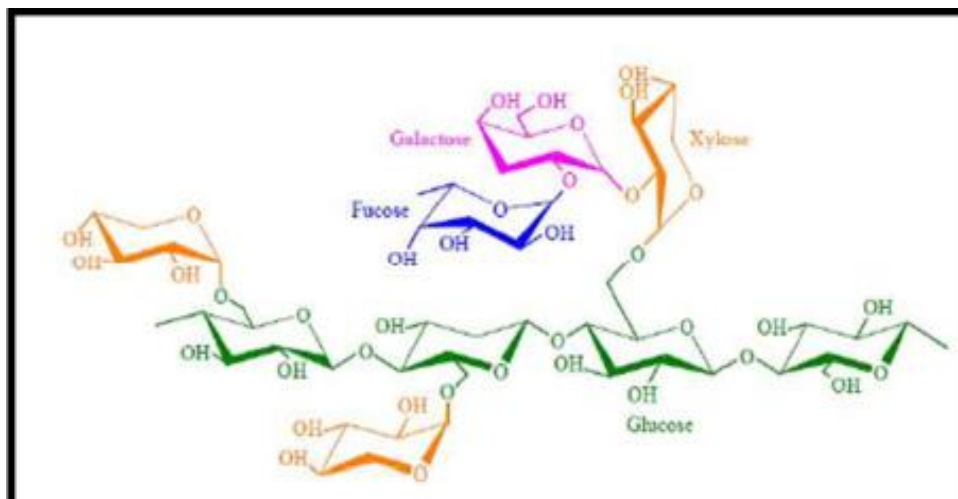


Figure I-6 : Structure d'un type de xyloglucane.

I.3.5.3. lignine

La lignine est le composant liant dans les tiges d'alfa et en général dans les plantes. C'est le liant entre les fibres formant des faisceaux ou des tiges. Sans la lignine, les tiges d'alfa n'existeraient pas. L'extraction des fibres consiste en la libération des fibres ultimes en dégradant les composants non-cellulosiques comme la lignine. L'élimination de la lignine est appelée la délignification. Une structure de base (**Figure I-7**) de la lignine existe avec deux groupes fonctionnels qui peuvent varier, ainsi réalisant plusieurs molécules différentes de lignine. Par conséquent en réalité, le nom « la lignine » n'est pas correct car il s'agit de plusieurs molécules. Il est donc mieux de parler « des lignines ». En considérant la structure de base, il est clair qu'un groupe aromatique est présent, et que les deux groupes qui varient sont un groupe aromatique (-Ar) et aliphatique (-R). Mais pourtant la structure exacte reste inconnue.

Cependant des analyses de spectroscopie UV-VIS donnent une idée de la structure de la lignine (**Figure I-8**). Les liaisons covalentes sont relativement fortes, conduisant à une bonne résistance biologique et chimique. C'est pour cela que l'élimination de la lignine afin d'obtenir des fibres d'alfa est difficile. Les propriétés mécaniques des lignines sont faibles [12]

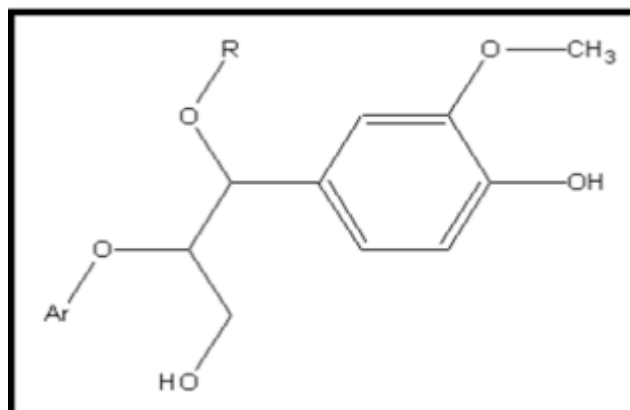


Figure I-7 : Structure de base de lignine

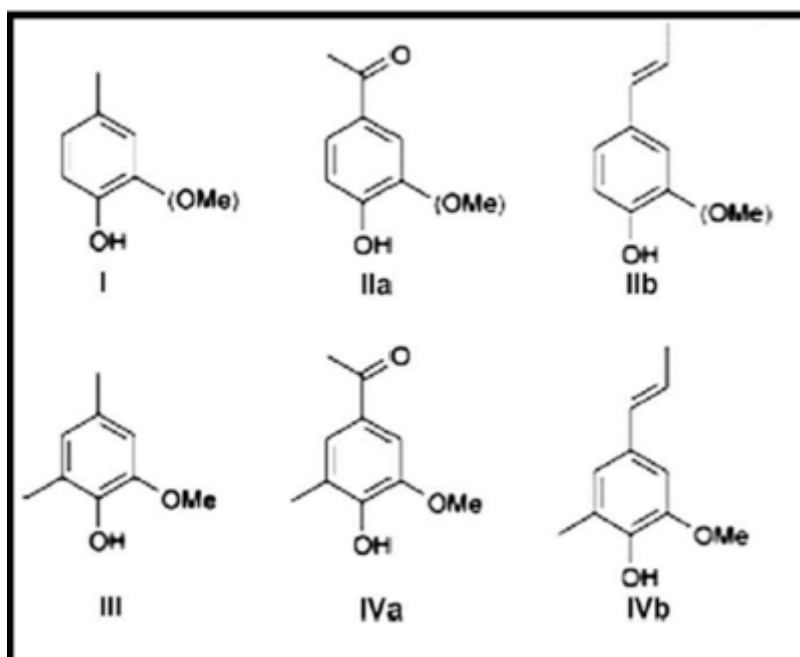


Figure I-8 : Structures possibles de lignine

I.3.5.4. Les pectines

Les pectines font parties des constituants des tissus végétaux et permettent le maintien de l'ensemble des cellules. Leurs actions dépendent des conditions ioniques du milieu (ex : présence d'ion Ca^{2+}).

Les pectines sont utilisées comme agent comptabilisant entre les fibres naturelles et les lignosulfonates. Dans ce travail différentes pectines d'origines diverses (écorces de citron ou pulpe de betterave sucrière) sont étudiées. [13].

Tableau N°2 : Propriétés des pectines CP Kelco

Nom	Type	Degré d'estérification (%)	Degré d'acétate (%)
Genu	Ramifiée	57.4	9
3138	Faible Degré d'estérification	36.3	0
3139	Sensible au calcium	70	0

I.3.6. Organisation de la paroi végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, et de lignine dont des proportions dépendent de l'organisme producteur du tissu (**Figure.I-9**).

En plus elles contiennent aussi des extractibles, et certains composés inorganiques. Ces éléments confèrent à la cellule des propriétés biomécaniques de rigidité et d'élasticité, qui peuvent apparaitre contradictoires. En effet, d'une part la structure est rigide permettant le maintien de l'organisme et d'autre part l'enveloppe est souple et extensible assurant la croissance des cellules [14].

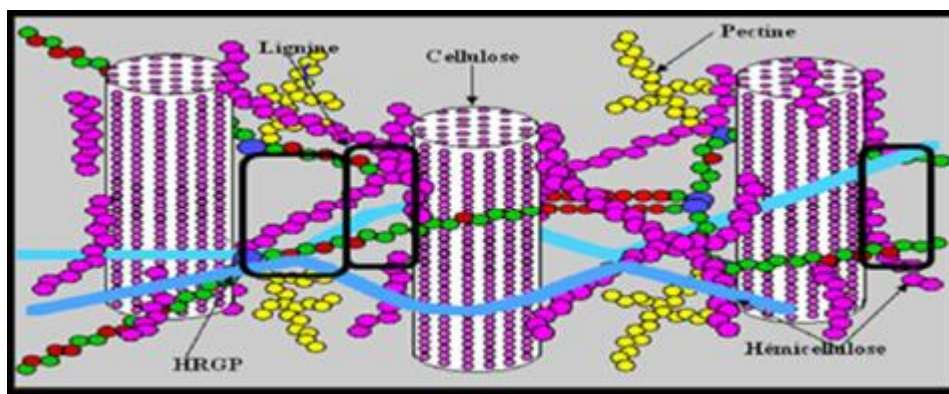


Figure I-9 : Organisation de la cellule végétale

I.4. Méthodes d'extraction des fibres :

Il existe quatre principales familles de procédés pour extraire les fibres végétales ; le procédé physique, le procédé mécanique, le procédé chimique et le procédé biologique. Le choix du procédé adéquat dépend du type et l'âge de la plante ainsi que de l'organe d'extraction. Dans certains cas le couplage de plusieurs procédés est requis.

I.4.1. Procédé physique :

L'explosion à la pression par la vapeur [Sotton et Ferrari, 1991 ; Kessler et al., 1998] est un moyen très efficace dans la séparation des fibres, des micro-explosions se produisent alors dans les cellules les plus fragiles. Ce cycle est répété une dizaine de fois (8-11 fois), ce qui en résulte c'est l'explosion des lamelles moyennes qui est une colle intercellulaire. En fin, la séparation des fibres sera achevée par un lavage à l'eau courante [Nguyen et al., 2004 ; Tokoro et al., 2008]. Il existe aussi, les procédés à base d'ultrasons, et d'autres à base de micro-ondes [Raveendran Nair et al., 2013 ; Nair et al., 2014].

I.4.2 Procédé mécanique :

Ce procédé peut être effectué manuellement ou à l'aide d'une machine, dans le cas du Bambou les méthodes utilisées sont les suivantes :

a) La méthode manuelle

Généralement les fibres sont séparées par l'utilisation d'un couteau, et d'un peigne après d'être battus [Murali Mohan Rao et Mohana Rao, 2007].

b) Méthode par laminage ou pressage

Par l'écrasement sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des deux traitements, les fibres sont détachées les unes des autres. Ceci est répété plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [Tokoro et al., 2008].

I.4.3. Procédé chimique

L'extraction chimique est généralement faite par des solutions alcalines (NaOH, KOH...). La méthode chimique réduit partiellement le diamètre de la fibre.

I.4.4. Procédé biologique

Le rouissage naturel, opération connue depuis des siècles, Il se base sur l'activité des microorganismes, ce qui implique une durée d'extraction plus longue que les autres procédés.

Plusieurs procédés de rouissage sont utilisés :

a) Rouissage au champ :

Après avoir arraché la plante de la terre tout en conservant les racines, la plante est laissée sur terre (plusieurs semaines pour le lin). Elle est exposée aux différents facteurs climatiques (soleil, pluie, vent) afin de favoriser le développement des micro-organismes. Ces derniers viennent attaquer la matière pectique qui relie les faisceaux de fibres entre elles. Cette action permet une extraction de la fibre et un affinage plus facile. En dernier, cette étape est suivie par un lavage à l'eau qui en résulte des fibres bien séparées les unes des autres. C'est un procédé peu coûteux, qui nécessite peu de main-d'œuvre. Par contre, il nécessite une grande surface. Puisque la plante est soumise à des conditions climatiques où on n'a pas le contrôle total du processus.

b) Rouissage en étang :

Ce procédé consiste à immerger dans l'eau les différentes parties de la plante à partir des quel l'extraction s'effectuera. Cette technique est relativement longue due au développement naturel des bactéries, anaérobie qui grâce à un matériel enzymatique spécifique sont capables de dégrader les macromolécules végétales qui lient les faisceaux fibreux entre eux. Bien que cette méthode donne d'excellents résultats, de nos jours, elle n'est plus appliquée pour des raisons sanitaires et environnementales. En effet cette méthode consomme une quantité importante d'eau.

c) Rouissage enzymatique :

Ce procédé vise à remplacer le rouissage classique (au champ et en étang) pour éviter la pollution des eaux, et diminuer le temps du traitement. C'est un procédé peu polluant et très reproductible. Grâce à l'enzymologie, les fibres sont extraites directement par l'utilisation d'un mélange d'enzymes. Tout en touchant le moins possible à la cellulose, ce qui est intéressant pour l'industrie.

I.5. Application des composites à base des fibres végétales

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...) [15].



Figure I-10 : Quelques applications des fibres végétales [18]

a) En automobile

L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment, chez l'équipementier automobile Faurecia, le projet de recherche Nafi (Natural fiber for injection), lancé en 2008, a permis de mettre au point des pièces en composites de lin ou en chanvre avec un gain de masse de 25%. Aussi que Alstom Transport équipera en 2014 ses nouvelles rames TGV de panneaux et de cloisons en lin composite et en 2016 le « nez » des locomotives sera fabriqué à partir du même matériau, avec d'autres éléments extérieurs [16]. Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieure (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés).

Mercedes-Benz à Bayer, utilisait des composites à fibres de lin et de sisal pour les garnitures intérieures des portières de la Mercedes classe.

Mégane: Les constructeurs Français présentent la tablette arrière de la Mégane, les panneaux de portes de l'habillage du coffre de la Xantia.

AUDI: Dossier de siège, panneaux des portières latérales et arrières, garnitures de coffre, revêtement de roue de secours dans les modèles suivants : A3, A4, A6, A8, A4.

BMW: Panneaux de portière, garnitures de pavillon, garnitures de coffre, dossiers de siège dans les modèles suivants: séries 3, 5 et 7.

Volkswagen: Panneaux de portières, dossiers de siège, panneau de finition du couvercle du coffre, garnitures de coffre dans les modèles suivants: Golf, Passat, Bora.

OPEL GM: Panneaux de pavillon, panneaux de portières, panneau de revêtement des montants, groupe d'instruments, dans les modèles suivants: Vectra, Astra.

Ford: Panneaux de portières, montant central, garnitures de coffre dans les modèles suivant Mondeo, Focus, Zafira.

b) **En construction :**

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment

c) **Autres applications :**

Les palettes, le mobilier (table de camping Lafuma ou chaise IKEA), et FUTURAMAT, une société Française, produit des pièces techniques en résine thermoplastique renforcée de fibres de bois (ainsi que des matériaux biodégradables à base de farines céréalières). La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [17].



Figure I-11: Application des composites à base des fibres végétales [18]

Image ci-au-dessus montre quelques utilisations dans le domaine de renforcement des fibres végétales qui est un poids léger exigences, à faible coût, cependant, à son tour, fabrique coupe CO2 De chaque industrie à accorder plus d'attention de matières premières renouvelables. L'utilisation de fibres naturelles

Il offre la possibilité de remplacer la grande tranche de fibres de verre et des charges minérales est beaucoup plus faible coût.

Les panneaux de porte sont fabriqués, et les sièges arrière (flèche dans le tableau se réfère à lui), des colonnes, des plateaux et des conteneurs, des armoires de commande, des tuyaux en polyester Thermoplastique renforcée par des fibres ou d'une résine thermoplastique

I.6.Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres présentent de nombreux avantages comme renfort de matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel. Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau

Avantages	Inconvénients
Faible cout	Absorption d'eau
Biodégradabilité	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour l'émission de CO2	Mauvaise tenue en vieillissement
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max
Pas de résidus après incinération	Fibres anisotropes
Ressource renouvelable	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande de la gestion d'un stock
Propriétés mécaniques spécifique importantes (résistance et rigidité)	Renfort discontinu

I.7. Conclusion

Le présent chapitre met l'accent sur la ressource lignocellulosique employée comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Cette ressource végétale constitue une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et dispose de nombreuses qualités techniques élevées.

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Dans le cas fibre végétale, composés en quatre majoritaires se distinguent: la cellulose, les hémicelluloses, les pectines et la lignine. L'incorporation de fibres végétales à base de cellulose (Coton, lin, Chanvre, Jute, Ramie, Sisal, Kenaf, Coco, Abaca, bois...) dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept déjà industrialisé et commercialisé.

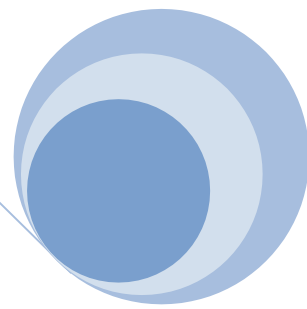
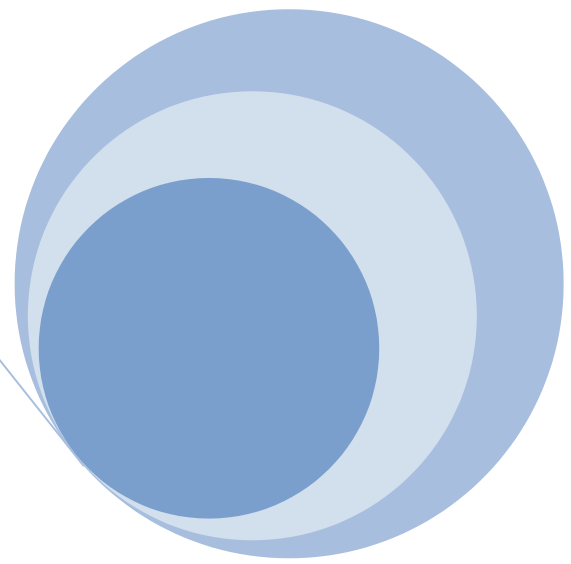
On trouve ces composites dans des objets aussi variés que des pièces d'habillage intérieures d'automobiles, des coques de bateau, des meubles, des pièces de capotage, des bardages, etc. Cependant, les propriétés mécaniques des matériaux composites à charges végétales sont très sensibles à différents paramètres notamment: la nature et la quantité des constituants, leur morphologie, le taux de fibres, ainsi que leur orientation et leur état de dispersion dans la matrice, en plus de l'humidité et de la température.

Références bibliographiques

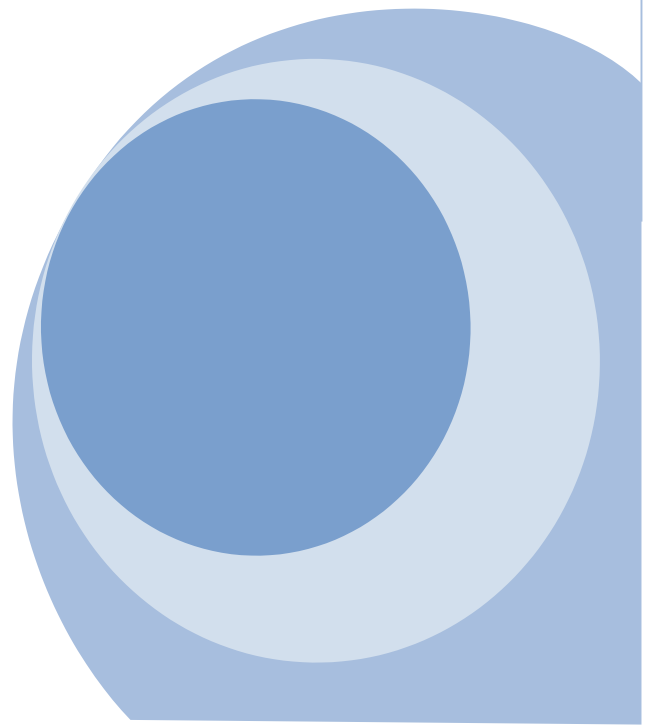
- [1] A. M. Brandt. «**Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after 40 years of development in building and civil engineering**». *Composite Structures.*, Vol. 86, 2008, pp. 3-9.
- [2] C. Baley. **Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites**. Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés, Vol. AM5, 2004, pp. 130.
- [3] A. Mahfoudh, «**Étude de la production et de la caractérisation de composites boisplastiques**», Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université Laval, Québec, 2013, 101p.[En ligne], disponible sur : https://www.google.dz/search?q=A.+Mahfoudh&oq=A.+Mahfoudh&aqs=chrome..69i57j69i60.809j0j1&sourceid=chrome&es_sm=93&ie=UTF-8#q=%C3%89tude+de+la+production+et+de+la+caract%C3%A9risation+de+composites+bois-plastiques
- [4] J.E.G. Van Dam et H.L. Bos, «**Consultation sur l'impact environnemental des fibres naturelles dans les applications industrielles**», Congrès de Food and Agriculture Organization(FAO), Rome, 2004, 263p.
- [5] A. Y. Nenonene, 'Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage'', thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.
- [6] F. Michaud, ''Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement
- [7] : **Chafi Nardjes**, université de Constantine thèse de magister Mars 2015(matrice cimentaire renforcée de fibre).
- [8] : **Ben Kechkache Ghofrane**, université Mentouri Constantine thèse de magister Novembre 2007 (étude de comportement différé des bétons auto placent influence des paramètres de composition et de chargement).
- [9] : **Haddadou Naima**, université de Boumerdes, Thèse doctorats 2014/2015(élaboration et caractérisation de béton autoplaçante fibré avec ajout de poudre de marbre).
- [10] : Mokhtari Abdessamed, université de kasdi merbah ouargla le 06/11/2006 (influence des ajouts de fines minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcés de fibres végétales de palmier dattier).
- [11] : Eva Rogge, Ecole nationale supérieure d'ingénieurs sud-alsace (uha), 2009 – 2010, extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'alfa (esparto grass) en vue d'applications textiles.

Références bibliographiques

- [12] : Edwige privas. Matériaux ligno-cellulosiques : "élaboration et caractérisation". autre. École nationale supérieure des mines de paris, 2013. Français. <nnt : 2013enmp0028>. <Pastel- 00933754>.
- [13] : B.Montiès, 'Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés, Gauthier Villars (ed), Paris (1980).
- [14] : fiche technique matériaux composites à renforts fibres naturelles d'origine végétale, supplément technique n°7, charlyse poteau, chef de projet, visions/décembre 200
- [15] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales»,[en ligne], 2006. disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf> (Consulté le 15/12/2013).
- [16] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés, Vol. AM5, 2004, pp. 130.
- [17] C. Zamprogno et P. Hourçourigaray, «**Nautisme et Composites BioSourcés**»,[en ligne], 2012. 31p, disponible sur <http://www.eurolarge.fr/wp-content/uploads/2012/12/Lettre>
- [18] YAHIAOUI, Lamia. ETUDE DU COMPORTEMENT A LA RUPTURE DE COMPOSITE A FIBRES VÉGÉTALE. Diss. Université Ferhat Abbas De Sétif.



Chapitre II : Adhésion
fibre matrice



II.1. introduction

Dans tout matériau composite, il est préférable que la matrice et le renfort soient compatibles et aient des propriétés complémentaires. Comme les fibres naturelles sont rarement compatibles avec les résines thermoplastiques, des modifications de l'un ou de l'autre voire des deux composants s'avèrent nécessaires. Généralement, les modifications portent plus sur les fibres que sur la matrice. Ces différents traitements apportent le plus souvent des propriétés assez avantageuses aux fibres naturelles (propriétés barrières, énergie de surface abaissée, etc.) et permettent d'établir quelquefois de véritables liaisons covalentes entre fibres et matrice.

Dans ce qui suit, nous présenterons une description des différentes méthodes de modifications de surface du renfort fibreux. Nous examinerons leurs principaux effets physico chimiques ainsi que leurs apports sur les propriétés physico mécaniques et thermiques du matériau composite final. Avant de détailler ces traitements, nous aborderons les principaux aspects liés aux notions d'adhésion. Enfin, nous mettrons l'accent sur la nature du traitement choisi et utilisé au quelque travail. Dans cette domaines

II.2. Notion d'adhésion

La notion d'adhésion ne peut être dissociée de la nature des surfaces impliquées. D'une manière générale, une mauvaise adhésion provient des propriétés antagonistes de la surface des composés associés.

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact interfacial au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique. En effet, la surface conditionne fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques à l'interface entre des matériaux. L'interface peut prendre différentes formes et conduire au concept d'interphase, l'interphase étant une zone plus ou moins large entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration de propriétés des deux composants.

II.3. Théories de l'adhésion

Les mécanismes par lesquels deux matériaux solides sont maintenus ensemble par un contact interfacial intime ont été étudiés depuis de nombreuses années. Différentes théories ont été proposées afin d'expliquer la nature des forces et/ou interactions mises en jeu lors du processus d'adhésion, mais aucune de ces théories n'est capable à l'heure actuelle, d'expliquer de façon satisfaisante tous les cas rencontrés. On trouve dans la littérature [1,2] des synthèses de diverses théories qui montrent la complexité des phénomènes mis en jeu. D'après ces travaux, on peut citer les différentes théories :

- * mécanique
- * thermodynamique ou mouillage
- * électrostatique
- * chimique
- * de la diffusion
- * rhéologique

Toutefois, dans le cadre de notre travail, qui consiste à rendre compatibles fibres naturelles/matrice thermoplastique, nous présentons une description des théories les plus adaptées à nos systèmes.

II.1.1. Théorie mécanique

Cette théorie a été proposée en 1925 par **McBain et Hopkins**[3] dont les travaux traitaient principalement le collage du bois. L'adhésion y est assurée par un ancrage mécanique du polymère qui pénètre dans les microcavités et irrégularités de surface du substrat avant la solidification. Un bon ancrage mécanique nécessite un choix judicieux de la rugosité de surface et dépend à la fois de la viscosité de l'adhésif et de la mouillabilité du substrat. Une bonne affinité adhésif/surface du substrat limite la formation de défauts liés à de l'air piégé.

II.2.2. Théorie thermodynamique ou mouillage

C'est le modèle le plus utilisé dans l'approche des phénomènes d'adhésion. Il considère que les interactions interatomiques et intermoléculaires faibles constituent la base de l'adhésion. D'une manière générale, on considère que l'adhésion est assurée à l'échelle moléculaire par des interactions de type Van der Waals (essentiellement dispersives) et des interactions polaires, acidobasiques, ... (non dispersives). Par conséquent, le processus d'adsorption et les forces de surface (responsables de l'énergie libre de surface) influent directement sur le travail thermodynamique d'adhésion.

II.2.3. Théorie électrostatique

Cette théorie suppose qu'un transfert d'électrons se produit à l'interface adhésif/substrat que l'on assimile à un condensateur. L'adhésion serait due à l'existence des forces attractives à travers la double couche électrique. Ce modèle reste adapté à des interfaces spécialisées (métaux) et ne fait pas l'unanimité de la communauté scientifique car il tend à surestimer la force d'adhésion[4].

II.2.4. Théorie de la diffusion

Cette théorie permet de décrire l'adhésion de deux blocs de polymères de même nature ("auto-adhésion") [5]. L'assemblage est dû à des mouvements de segments moléculaires à travers l'interface ; l'interpénétration des chaînes de polymères assure l'adhésion. Ce phénomène nécessitant une bonne affinité entre les deux constituants en contact, est limité aux assemblages pour lesquels les deux constituants sont des polymères. Dans le cas contraire, l'usage d'agents de couplage conduit à un mécanisme d'adhésion similaire .

II.2.5. Théorie chimique

Cette théorie repose sur la formation de liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre la surface du substrat et le polymère généralement par utilisation d'agents de couplage, tel que le silane.

II.3. Traitement des fibres

Il existe de nombreuses techniques afin de rendre compatible les fibres et les polymères, permettant ainsi la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories: les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques.

Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons. La surface est donc élément important de l'adhésion et subit les modifications [6].

Ces modifications ont pour objectif de:

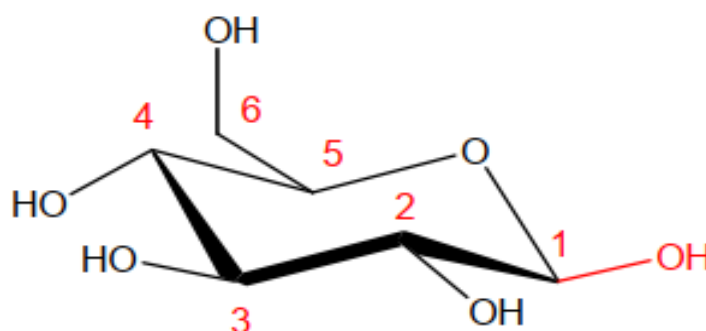
- Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice;
- Abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales.

II.3.1. Méthodes chimique de modification de la surface des fibres :

La modification de la surface par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec les polymères hydrophobes [7].

II.3.1.1. Oxydation :

La réaction se fait par une attaque des hydroxyles en position C2, C3 et C6 (**Figure II-1**) et il s'ensuit une formation de groupes carbonyles. L'aldéhyde formé en C6 peut être oxydé une seconde fois pour former un groupe carboxylique. L'oxydation sélective de l'hydroxyle primaire a été réalisée depuis un siècle en utilisant le dioxyde d'azote[8]. L'inconvénient de cette technique est la dégradation importante du polymère (le degré de polymérisation (DP) est réduit) et l'oxydation non sélective qui nécessite une étape de réduction par le borohydrure de sodium. L'oxydation des hydroxyles secondaires (C-2 et C-3) génère quant à elle des cétones, et lorsqu'il y a ouverture de cycle, on forme des aldéhydes qui peuvent conduire à la formation d'acides carboxyliques.



Représentation chaise de β -glucoopyranose

Figure II-1: La cellulose

D'autres méthodes telles que la mercerisation, l'estérification, l'éthérification etc. ont été utilisées pour modifier chimiquement les propriétés de surface des fibres cellulosiques [9,10] mais ne seront pas développées ici.

Comme il a été souligné, toutes ces méthodes chimiques sont couramment utilisées. Elles font intervenir des réactifs et des solvants qui nécessitent le plus souvent une purification et un recyclage. De plus en plus d'études se tournent vers l'utilisation de moyens physiques pour l'activation des fibres et leur compatibilisation.

II.3.1.2. Estérification

L'estérification de la cellulose est plus souvent réalisée dans un milieu acide avec des anhydrides correspondant à l'acide dans la plupart des cas. Elle permet d'obtenir les sulfates, phosphates, carbamates et acétates de cellulose et d'autres types de cellulose esters. Les modifications chimiques en profondeur permettent de rendre la cellulose thermoplastique. Mais néanmoins, il existe des traitements de surface de la cellulose nécessitant soit une étape d'activation par une réaction d'estérification suivie du traitement de surface, soit une estérification (correspondant dans ce cas au traitement de surface). La réaction est limitée à la surface en choisissant les conditions de greffage appropriées (solvant non gonflant, température et pression modeste, force ionique faible, etc.) [11].

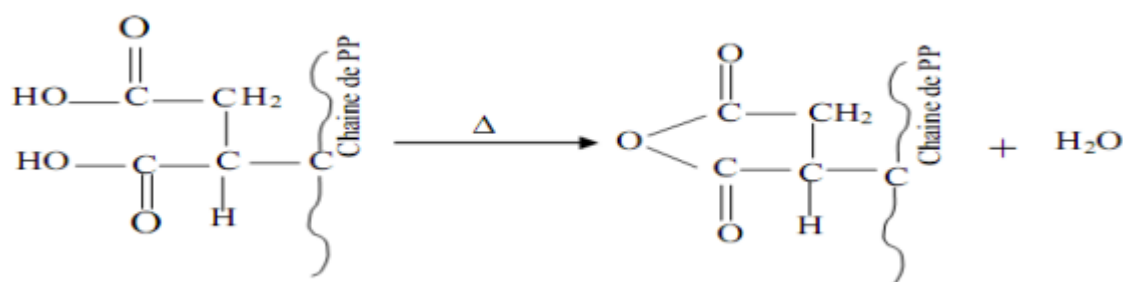
Lu et ses collaborateurs [12] ont présenté un travail concernant l'effet des couplages chimiques sur les propriétés du composite polymère/fibres de bois. Les résultats ont montré que le traitement avec un composé contenant des groupes méthylols (-CH₂OH) aboutit à la formation de liaisons covalentes stables et de liaisons hydrogène avec les fibres cellulosiques.

Les traitements aux anhydrides comme l'anhydride maléique (AM), l'anhydride succinique (AS) sont très utilisés dans les composites à base de fibres cellulosiques [13,14]. Les anhydrides possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles peuvent se lier à la surface de la fibre cellulosique par estérification ou par liaison hydrogène. L'anhydride maléique, en plus des carboxyles, contient une double liaison (C=C). Cette structure conjuguée augmente beaucoup la réactivité de greffage de la double liaison carbone-carbone sur le noyau hétérocyclique avec la matrice polymérique par l'addition conjugué d'un radical initiateur [15].

Cependant, la chaîne hydrocarbonée de l'AM est plus courte que celle de la matrice polymérique et la fibre cellulosique. Cette chaîne réduite de l'AM atténue les améliorations d'adhésion et conduit à son utilisation dans les copolymères greffés [16,17].

Les applications du greffage de l'AM se font sur plusieurs polymères (polystyrène (PS), polyéthylène (PE), polypropylène (PP) et styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS)). Le polypropylène greffé par l'anhydride maléique (PP-g-AM) est le copolymère greffé le plus largement utilisé dans les composites à base de fibres végétales [15,18]. Le processus de liaison de (PP-g-AM) avec la fibre cellulosique est représenté sur le **Figure II-2** [19]. Le mécanisme de la réaction peut être divisé en deux étapes:

a-Activation du copolymère par chauffage (à T= 170°C)



b- Estérification de la cellulose

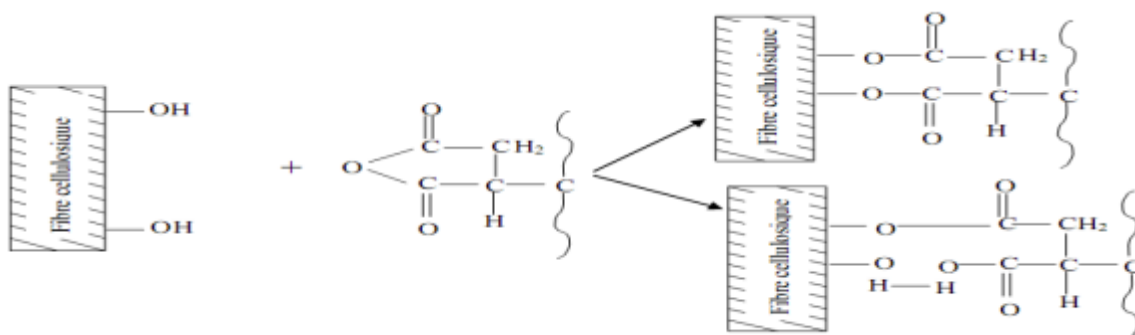


Figure II-2. Liaison chimique PP-g-AM/fibre cellulosique [19].

II.3.1.3. Éthérification

La réaction d'éthérification de la cellulose se fait en milieu alcalin par substitution nucléophile [20,21]. Les éthers classiques (exemple la carboxyméthyl cellulose) obtenus sont les alkyles celluloses par des chlorures d'alkyl et les hydroxyalkyles celluloses par des époxydes. L'action des époxydes ou des chlorures d'alkyl est précédée par un traitement de la cellulose à la soude (la mercerisation) [22].

La mercerisation a été découverte par John Mercer, qui a fait un brevet sur le processus en 1850. Elle a été utilisée pour améliorer des propriétés telles que l'affinité de colorant, la réactivité chimique, la stabilité dimensionnelle, la résistance à la traction et la lisse des tissus de coton [23].

La mercerisation est un traitement alcalin de fibre cellulosique. Elle dépend de la concentration de la solution alcaline, la température et le temps de traitement et sur les additifs [24].

Paul et ses collaborateurs [25] ont étudié l'effet du taux de fibres et leurs traitements chimiques sur les propriétés thermophysiques (conductivité et diffusivité thermique) des matériaux composites fibres de banane/polypropylène. Parmi les traitements utilisés, ils ont immergés les fibres dans une solution alcaline à des concentrations différentes (2% et 10%) pendant 1 h, après les fibres ont été lavées complètement avec de l'eau pour enlever l'excès du NaOH. Le lavage final a été fait avec de l'eau contenant peu d'acide acétique. Les fibres ont été séchées dans un four d'air à 70 °C pendant 3 h. Les résultats ont montré que la concentration en NaOH a une influence sur les propriétés thermophysiques des composites.

Les composites à base de fibres traitées par NaOH de 10% présentent les meilleures propriétés thermophysiques que celles à base des fibres traitées par NaOH de 2%.

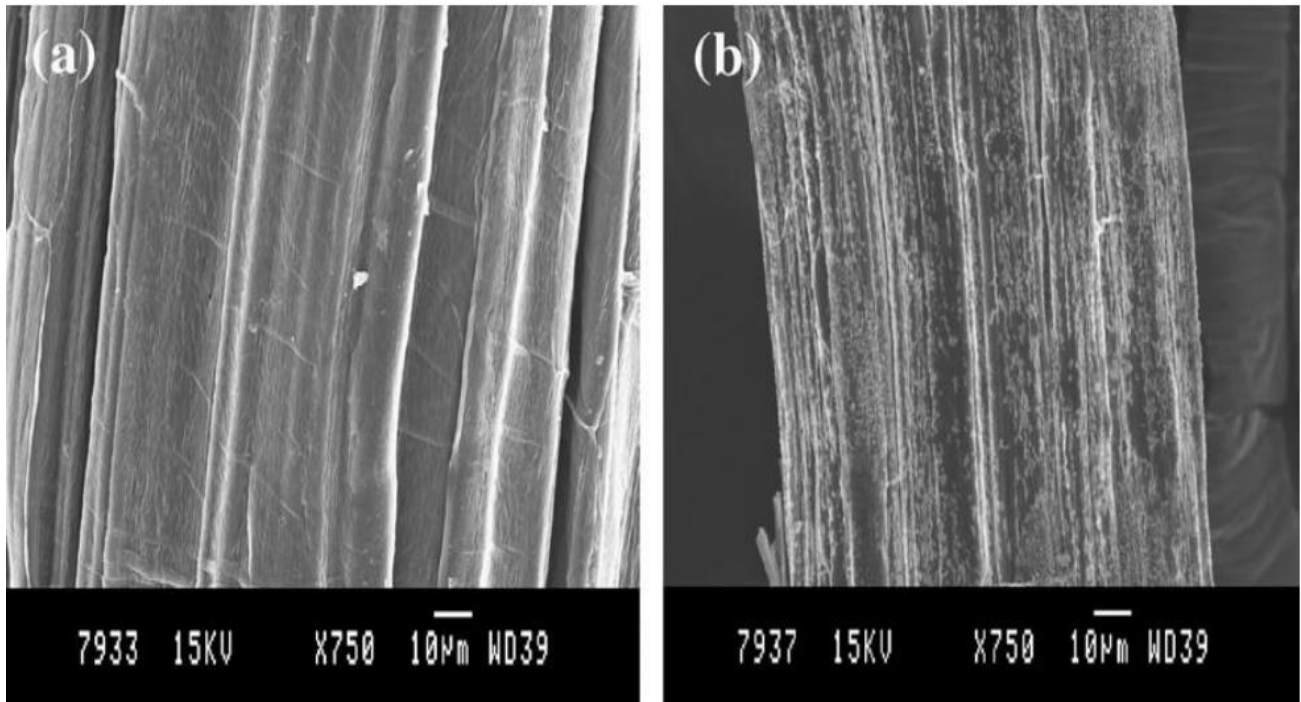


Figure II-3. Observation au microscope électronique à balayage de traitement par le NaOH des fibres de banane : (a) 2% ; (b) 10% [25].

Pour optimiser l'interface fibre de lin/résine polyester insaturé dans des composites, **Balnois** et ses collaborateurs [26] ont traité les fibres de lin par des traitements successifs : à base de soude(10g/l), d'anhydride acétique et d'acide formique. La modification apporte une augmentation des propriétés d'adhésion entre la fibre et la matrice polymère. De plus, le traitement des fibres de lin par ce procédèrent la surface des fibres plus lisse et diminue sa rugosité.

II.3.2. Méthodes physique de modification de la surface des fibres :

la Méthodes physique peuvent être utilisés sur la surface du renfort ou de la matrice pour diverses raisons :

Nettoyage et purification de la surface ;

Oxydation et activation des sites sur la surface ;

Ces méthodes entraînent un changement physique et chimique des propriétés structurales du composé.

On distingue les traitements par décharges diélectriques tels que le Corona et le plasma froid et par exposition aux rayonnements laser, ultra violet ou gamma. La plupart de ces traitements sont aussi des

voies de greffage et de copolymérisation[27]. Dans ce qui suit, nous présentons une description des différentes techniques ainsi que leur effet physico chimique sur la surface et leurs utilisations dans le domaine des composites.

II.3.2.1.Traitement plasma

Un des traitements physiques utilisés pour l'amélioration des propriétés inter faciales fibre naturelle/matrice polymère est le traitement plasma. Pendant le traitement plasma, le substrat est bombardé par des particules de haute énergie se déplacement dans le flux de plasma. En conséquence, les propriétés de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et la chimie de surface du substrat peut être modifiée sans avoir recours à des produits chimiques ou des solvants [28].

Généralement, les traitements plasma modifie la surface des fibres naturelles par altération ou élimination des couches de surface faiblement attachée et la formation de nouveaux groupes fonctionnels (fonctionnalisation et réticulation) [29]. Selon le type et la nature des gaz utilisés, différentes modifications de surface pourront être introduites [30]. Des réticulations de surface peuvent être introduites, la tension de surface peut être augmentée ou diminuée, des radicaux libres réactifs pourront être produits [31].

Avec un plasma oxygène par exemple, divers groupes polaires tels que -OH-C, -C=O, -COOH et -CO₂, peuvent être introduits sur la surface des fibres traitées. Des modifications des morphologies des surfaces des fibres de bois ont été observées par Yuan et al. (2004) après traitement par des plasmas avec deux gaz différents : l'air et l'argon. Ces surfaces sont devenues plus rugueuses avec apparition de trous (pits) aléatoirement répartis. Ceci a pour conséquence d'augmenter l'accrochage mécanique au niveau de l'interface entre la fibre et la matrice. Seki et al.(2009) ont étudié l'effet du traitement plasma sous atmosphère oxygène sur les fibres de jute. Ils ont montré que pour certaines limites de puissance, des améliorations des propriétés mécaniques ont pu avoir lieu.

II.3.2.2.Traitement corona

Les procédés de type corona (couronne) sont largement utilisés dans le traitement de surface des matériaux. Différents types de supports peuvent être traités :polymères, aluminium, textiles..., etc. Cette technique est basée sur l'utilisation d'une haute tension (1500V) à haute fréquence entre deux électrodes. L'air est ionisé et les électrons sont accélérés et réagissent ainsi avec les surfaces adjacentes.

L'application la plus connue utilisant le traitement corona est la photocopie. Des résultats similaires à ceux produits par plasma peuvent être obtenus en utilisant un traitement corona.

Dans les cas des fibres de cellulose, le traitement corona entraîne une augmentation de l'énergie de surface, de l'acidité et de la basicité ainsi que le rapport de quantité d'oxygène et de carbone (O/C) (Dong et al., 1992). Pour des niveaux de puissance de plus en plus élevés Belgacem et al., (1994) ont observé des améliorations des propriétés mécaniques des composites cellulose/polypropylène. Des résultats similaires ont pu être observés dans un travail récent par Ragoubi et al., (2010) en traitant des fibres de chanvre en vue de les incorporer dans une matrice polypropylène.

II.3.3.3. Le traitement thermique de séchage :

Le séchage des fibres naturelles avant leur mise en œuvre est un facteur important. Les quantités d'eau contenues dans les fibres sont parfois élevées et agissent comme agent de séparation entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface [26]. De plus, lors de la mise en œuvre, l'évaporation de l'eau crée des vides dans les composites et conduit ainsi à la formation d'un réseau de défauts aléatoirement réparti et à de faibles propriétés mécaniques. Dans les cas des thermodurcissables, les températures de réaction dépassent généralement la température d'évaporation de l'eau. Aussi, les thermoplastiques sont mis en œuvre à des températures largement au-dessus de 100°C. Dans ces deux cas, la présence de l'eau ou bien de sa vapeur favorise la formation de vides et de mauvaises propriétés interfaciales et macroscopiques.

Pour des composites époxy/jute, la contrainte limite en traction de composites réalisées avec des fibres séchées a augmenté d'environ 10% par rapport aux composites n'ayant pas subi de traitement. Quant au module élastique, il était 20% plus élevé [26]. De Deus et al., (2005) ont étudié l'effet du séchage sur les propriétés des composites à fibres de piassava (lignocellulosiques) et à matrice polyester. Ils ont montré que l'élimination de l'eau dans les fibres affecte fortement le mouillage des fibres et améliore ainsi l'interaction entre fibre et matrice. Les composites produits avec les fibres pré séchées montrent une meilleure résistance à la flexion

Cependant, lorsqu'une fibre ligno-cellulosique est exposée à la chaleur, des phénomènes de dégradation peuvent apparaître sur les différents constituants de la fibre (cellulose, hémicellulose, lignine, pectine, graisses...etc.) et dépend de la température et de la durée du traitement.

II.3.3.4. Le traitement laser

Les techniques lasers ont été tardivement utilisées en traitement de surface. Initialement, elles servaient à la découpe des matériaux, puis à la soudure. Le laser est particulier en ce sens qu'il permet de travailler sur des parties ciblées d'une surface.

Le traitement consiste à bombarder la surface du matériau avec un faisceau laser cohérent produit soit avec un gaz ou un mélange gazeux (KrF, XeCl, CO₂ + N₂ + He), soit avec un solide (grenat d'aluminium et d'yttrium- néodyme YAG- Nd). Au cours du traitement, des liaisons sont rompues, des radicaux libres et des ions sont créés à la surface du matériau d'où une fonctionnalisation de cette dernière. Par la suite, la surface traitée peut amorcer une réaction chimique ou provoquer la réticulation. Comparativement aux autres procédés de traitements de surface, le traitement laser est très coûteux mais il reste le plus précis.

Quelques effets du traitement laser sont reportés dans la littérature, *Kolar et al* [32]. ont travaillé à différentes longueurs d'onde sur la cellulose. Le degré de polymérisation a été déterminé par viscosimétrie. Selon les auteurs, l'irradiation laser à 1064 nm entraîne une augmentation du degré de polymérisation par formation de liaisons inter et intramoléculaires. Après traitement, une meilleure résistance semble être obtenue. Le même dispositif a été utilisé pour le nettoyage de la cellulose et les matériaux en papier[33]. L'ampleur de la dégradation de la cellulose purifiée après traitement au laser a été déterminée à partir des changements dans le degré de polymérisation. Bien que l'irradiation du papier avec le laser à 308nm entraîne une dépolymérisation de la cellulose, aucun effet significatif n'a été constaté pour le laser à 532 nm. A notre connaissance, on ne trouve pas dans la littérature l'utilisation de traitement de ce type pour des applications dans les composites.

Les méthodes physiques présentées sont les plus répandues dans le domaine des composites avec un intérêt croissant pour les méthodes plasma et corona.

II.4. Caractérisation de l'adhésion, de l'interface et des surfaces :

Il existe différentes techniques de caractérisation des propriétés interfaciales liées à l'adhésion des composés avant ou après traitement des surfaces[34]. Ils fournissent une information plus ou moins directe de l'efficacité du traitement. Parmi les techniques, on distingue entre autres les techniques microscopiques et spectroscopiques.

II.4.1. Les techniques microscopiques :

Les techniques microscopiques nous renseignent sur la nature physique de l'adhésion. Il s'agit, pour partie, d'imagerie de l'interface (MEB, microscopie confocale, microscopie par fluorescence ou optique, microscopie à force atomique AFM). La microscopie confocale, par exemple, a permis de visualiser et quantifier la distribution d'une résine thermodurcissable sur des fibres de panneaux MDF[35]. Elle peut aussi, au même titre que l'AFM, donner une idée de la rugosité des surfaces[36,37]. La microscopie électronique est suffisamment puissante pour permettre une observation détaillée des fibres, de leur surface, de leur paroi, ainsi que de la morphologie de l'interface avec une très grande résolution. C'est certainement la technique la plus largement utilisée dans l'étude des composites à base de renforts fibreux [38].

Les récents travaux de *Colom et al* [39]. montrent au travers d'analyses MEB et FTIR que pour un composite HDPE/fibres lignocellulosiques, un agent comme le silane peut être globalement plus efficace que du MAPP. C'est la présence prédominante de liens chimiques de type liaisons covalentes à l'interface avec le silane qui explique ces résultats.

II.4.2. Autres techniques de caractérisation:

D'autres techniques de caractérisation peuvent être mises en œuvre pour évaluer les propriétés d'interfaces. Par exemple, les techniques spectroscopiques (spectroscopie de photoélectrons X, spectroscopie RAMAN) donnent davantage d'informations sur la nature ou la composition chimique à l'interface, [40].

La caractérisation des liaisons à l'interface peut aussi s'effectuer via des techniques plus spécifiques comme la mesure de l'angle de contact ou la chromatographie gazeuse en phase inverse IGC [41]. Dans ce cas particulier, il s'agit de techniques de caractérisation de surface, pas d'interface. Les grandeurs mesurées sont très utiles pour déterminer les énergies de surface polaires et apolaires. Selon *Riedl et Matuana*[42]., l'IGC, bien que plus délicate à mettre en œuvre, se révèle plus précise et plus sensible que l'angle de contact, notamment en ce qui concerne les sites de haute énergie et les substrats très poreux ou poudreux.

ces techniques, il existe aussi des méthodes de caractérisation thermomécanique, plus ou moins directes, de l'adhésion. Les essais comme la traction uniaxiale, ou le « single fibre pull out test » sont les plus courants. Le « single fibre pull out test » permet de déterminer l'adhésion d'une fibre prise dans une matrice. Toutefois, *Beckert et Lauke*[43].

mettent en avant le fait qu'il n'est pas évident que ce test mesure réellement l'adhésion puisque des effets de non linéarité, comme la friction ou l'inélasticité de la matrice, risquent d'interférer. Néanmoins l'association de l'imagerie microscopique et de ce test autorise l'observation de la surface de rupture entre deux matériaux[44].

Les analyses thermiques de type DSC, TG, TMA ou DMA sont aussi précieuses en ce qui concerne l'évaluation des liaisons pour donner des informations qualitatives sur des phénomènes d'interface[45].

II.5. Mécanismes d'endommagement :

II-5-1 Introduction :

Par mécanisme de rupture, il faut comprendre tout processus mécanique produisant au sein d'un matériau une "discontinuité" locale de matière appelé fissure. Il est usuel de parler d'initiation de la rupture et de propagation de la rupture

L'initiation de la rupture peut être considérée comme la création de microfissures à l'échelle microscopique (celle des constituants) à partir d'un défaut.

On parlera de microfissuration. La propagation de la rupture est le résultat de la création de nouvelles surfaces de rupture à l'échelle macroscopique (plusieurs fois celle des constituants), à partir des microfissures existantes. On parlera également de microfissuration. Dans le cas des matériaux composites, l'initiation de la rupture se produit généralement bien avant l'observation d'un changement du comportement macroscopique

II-5-2 Les divers mécanismes de rupture dans un composite unidirectionnel :

La rupture finale d'un composite unidirectionnel est le résultat de l'accumulation de divers mécanismes élémentaires :

- * La rupture des fibres,
- * La rupture transverse de la matrice,
- * La rupture longitudinale de la matrice,
- * La rupture de l'interface fibre-matrice.

Généralement, un mécanisme n'est pas isolé, mais divers mécanismes coexistent. Ces mécanismes se développent suivant la nature des matériaux et les conditions de sollicitations mécaniques imposées.

II-5-3 Microfissuration matricielle :

Dans les cas des CMC (composites à matrice céramique). Ce mécanisme intervient en premier lieu du fait d'une faible déformation à la rupture de la matrice fragile et constitue l'un de leurs mécanismes de dégradation prépondérant.

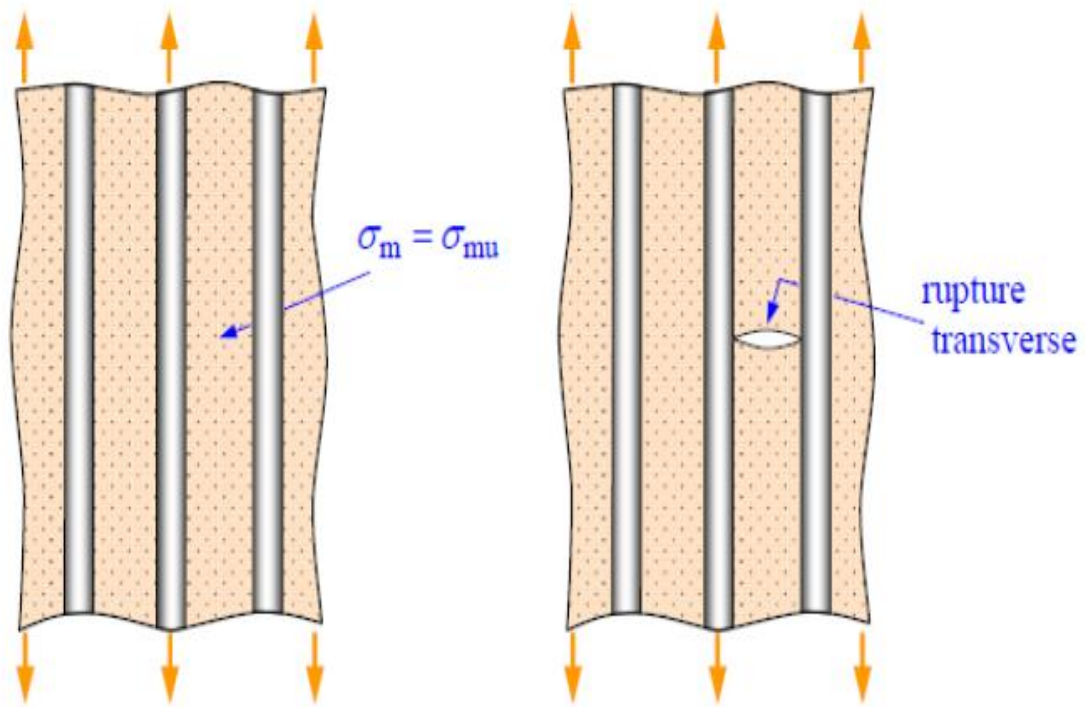


Figure II-4: Rupture transverse de la matrice [46]

Les fissures matricielles s'initient généralement aux zones de concentration des contraintes telles que les hétérogénéités du matériau.

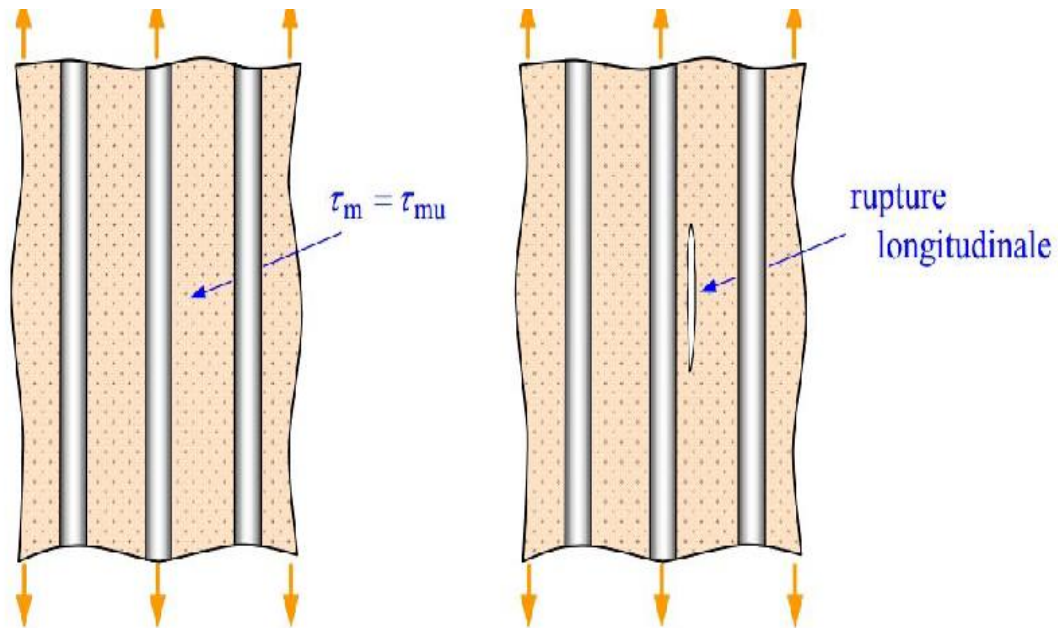


Figure II-5: Rupture longitudinale de la matrice [46]

Elles se propagent ensuite suivant l'orientation du chargement, notamment perpendiculairement à l'axe de traction ou parallèlement à la sollicitation dans le cas d'un cisaillement. On notera que certains auteurs distinguent la fissuration matricielle suivant sa localisation inter et intra torons.

II-5-4 Décohésion fibre matrice :

Pour les résines plastiques présentant une importante déformation à rupture, l'interface fibrematrice constitue le point plus faible à l'intérieur des plis.

Ces ruptures d'adhérence, généralement induites par des contraintes de cisaillement locales, se propagent le long des fibres jusqu'à former des fissures transverses (traversant l'intégralité d'un pli) dans le cas des stratifiés unidirectionnels ou longitudinales dans le plan des plis dans le cas de composites tissés.

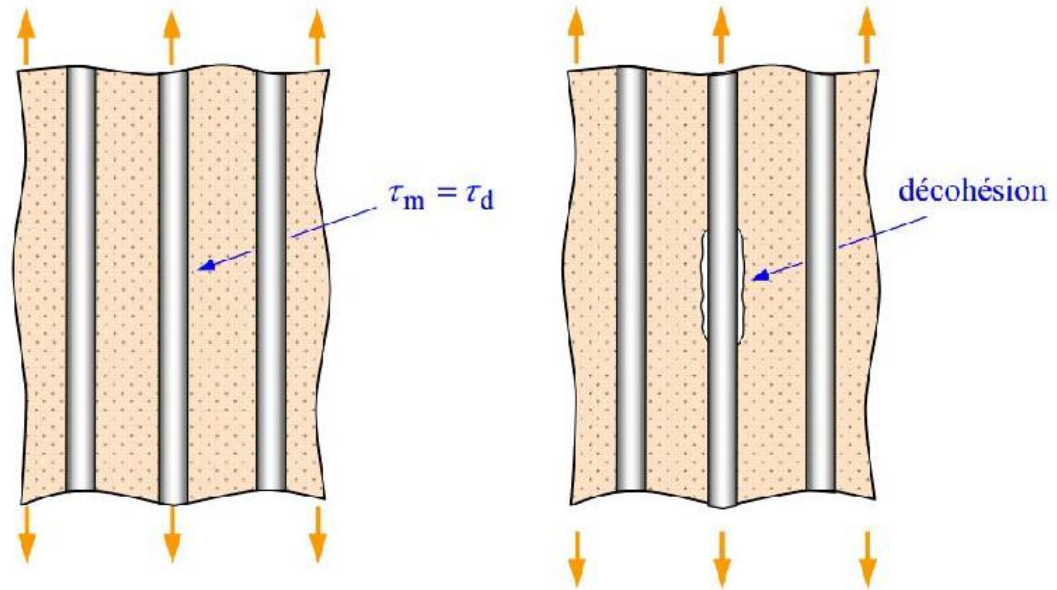


Figure II-6: Décohésion fibre-matrice [46]

En ce qui concerne les CMC en revanche, ce mécanisme est associé à la fissuration matricielle lorsque ces défauts atteignent une zone de renfort.

La nature de l'interface joue dans ce cas un rôle majeur qui conditionne la progression de l'endommagement :

- * Si l'interface est forte, elle peut limiter voir stopper l'extension des fissures en assurant un transfert de charge vers les parties saines.
- * Si l'interface est faible, la fissuration matricielle est déviée à l'interface amenant comme auparavant des fissurations transverses (suivant le contour des renforts perpendiculaires à la sollicitation). Ou longitudinales (à l'interface des renforts parallèles à la sollicitation).

II-5-6 Rupture de fibre :

Ces cassures de fibres peuvent survenir dans le prolongement des décohésions fibres-matrice la rupture des fibres intervient, par définition du renfort, à un stade avancé de l'endommagement de la structure et de manière brutale (comportement fragile).

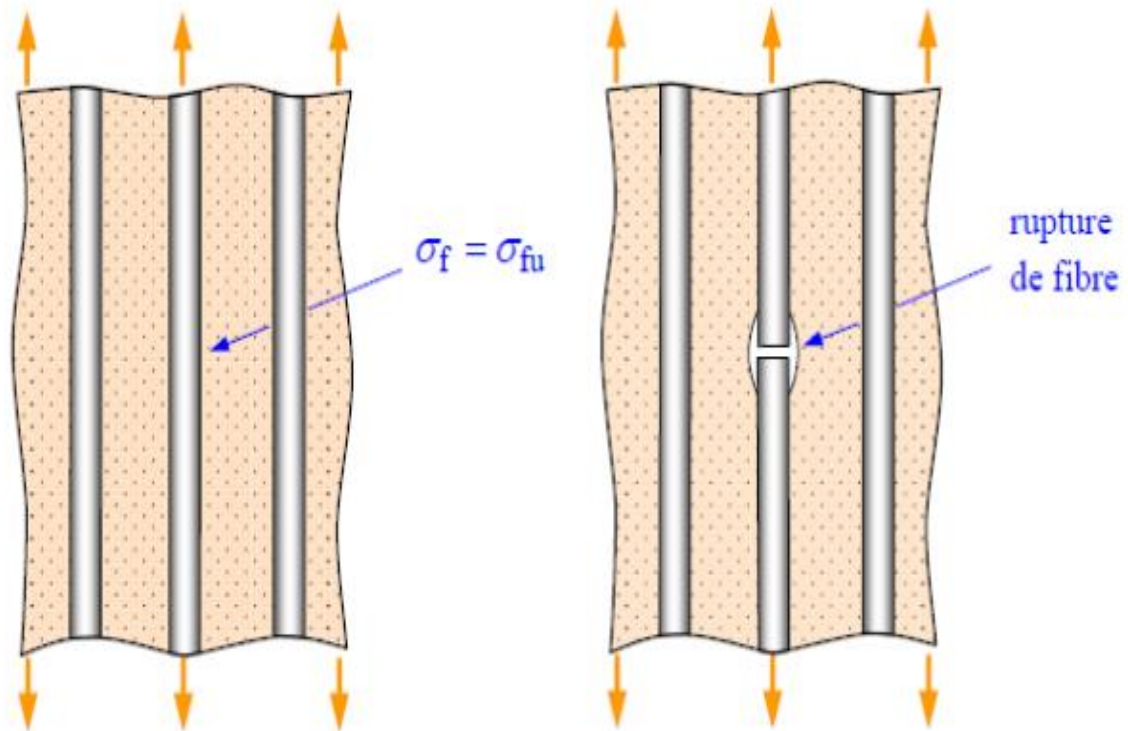


Figure II-7 :Rupteur fibre [46]

Elles interviennent essentiellement au sein des plis les moins désorientés par rapport à la direction de la sollicitation pour lesquels les fibres reprennent le plus d'efforts.

II-5-7 Délaminage :

Si les trois mécanismes présentés ci-avant peuvent être considérés comme diffus au sein du pli, le délaminage ou décohésion inter-plis correspondant en revanche à une dégradation d'ordre macroscopique dans la mesure où il est visible à l'œil nu.

Ce décollement s'amorce généralement dans les zones de forts gradients de contrainte comme les bords libres de la structure ou près des défauts macroscopiques pour progresser ensuite en séparant les couches constituant évidemment des facteurs aggravants pour ce phénomène.

Notons que dans le cas de structure impacté, le délaminage est fortement couplé avec la fissuration matricielle.

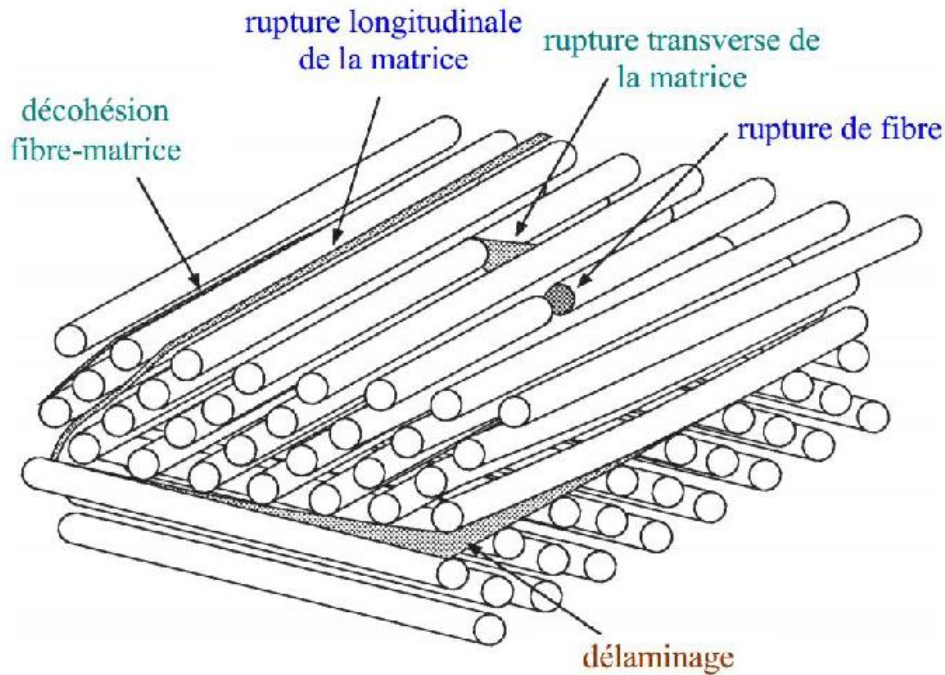


Figure II-8 : Mécanisme d'endommagement observe dans [46]

II.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté, les différents aspects physico chimiques qui se manifestent à l'interface fibre/matrice et leur influence sur les performances des matériaux composites. Une description des méthodes de modifications de la surface des composés, (le renfort ou le polymère), a également été faite. Malgré la diversité et la complexité de ces méthodes, leur objectif principal réside dans la comptabilisation et l'accroissement de l'affinité entre les composés.

Pour pallier au manque d'adhésion à l'interface entre les constituants, des modifications peuvent se faire soit au niveau de la fibre, soit au niveau du polymère lui-même. Le choix du type de modification doit prendre en compte à la fois les caractéristiques des fibres mais également les propriétés finales recherchées. Ces modifications de surface jouent un rôle majeur dans la liaison entre la matrice et les fibres lors de l'élaboration de matériaux composites, et peuvent ainsi influencer considérablement leurs propriétés mécaniques.

Chapitre II : Adhésion fibre-matrice

Le but de ce travail est de vérifier et montrer l'efficacité de traitement en termes de comptabilisation des composants fibre/matrice. Le critère de réussite de cette approche sera basé sur la caractérisation des performances mécaniques et thermiques des composites élaborés ainsi que leur conservation après vieillissement humide.

- [1] Shanahan. M.E.R, "**Adhesion and Wetting : Similarities and differences**", Rubber World, (1991), p 28,
- [2] Roche. A, "**Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence**", Le Vide, les Couches Minces, (1991), 257, pp 197- 230,
- [3] Mcbain. J.W, Hopkins. D.G, **On Adhesives and Adhesive Action**, J. Phys. Chem. (1925), 29, p 188.
- [4] Kinloch .A. J, **The science of adhesion**, Journal of Materials Science, (1980), 15, p. 2141-2166.
- [5] Voyutskii. S.S, "**Autoadhesion and Adhesion of High Polymers**", Wiley and Sons, (1963)
- [6] J. Laine et J. Troussier, « **Les fibres naturelles utilisées en plasturgie.**», Cours Science des Polymères, Institut Supérieur De Plasturgie D'Alencon, 2006.
- [7] A. K. Bledzki et J. Gassan. «**Composite reinforced with cellulose based fibers.** », **Progress in Polymer Science.**, Vol.24, 1999,pp. 221-274.
- [8] Yackel. E.C, Kenyon. W.O, **Oxidation of cellulose by nitrogen dioxide**, Journal of the American Chemical Society, (1942), 64, p.121-127.
- [9] Jandura. P, Riedl. B, Kotka. B.V, **Thermal degradation behavior of cellulose fibers partially esterified with some long chain organic acids.** Polym. Degrad. Stab, (2000), 70, p.387-394,
- [10] Hon. D.N.S, Chao. W.Y, **Composites from benzylated wood and polystyrenes: Their processability and viscoelastic properties.** J. App. Polym. Sci, (1993), 50, p.7-11.
- [11] J. Simonsen, Z. Hong et T.G. Rials. «**The Properties of the Wood-Polystyrene Interphase Determined by Inverse Gas Chromatography.** », **Wood and Fiber Science.**,Vol. 29, 1997, pp. 75-84.
- [12] J.Z. Lu, Q. Wu et H.S. Menabb. «**Chemical Coupling in Wood Fiber and Polymer Composites: A Review of Coupling Agents and Treatments** », **Wood and Fiber Science.**, Vol. 32, 2000,pp 88-104.
- [13] H.D. Rozman, W.B. Banks et M.L. Lawther. « **Improvements of fiberboard properties through fiber activation and subsequent copolymerization with vinyl monomer.** », **Journal of Applied Polymer Science.**, Vol. 54, 1994, pp 191-200.

Références bibliographiques

- [14] J.M. Chen, J.J. Meister, D.W. Gunnels et D.J. Garder. « **A process for coupling wood to thermoplastic using graft copolymers.**», *Advances Polymer and Technology.*, Vol. 14,1995, pp 97-109.
- [15] I. Chun et R.T. Woodhams. « **Use of processing aids and coupling agents in micareinforced polypropylene.** », *Polymer Composite.*, Vol.5, 1984, pp 250-257.
- [16] K. Oksman, H. Lindberg et A. Holmgren. « **The nature and location of SEBS-MA compatibilizer in polyethylene-wood flour composites.** », *Journal of Applied Polymer Science.*,Vol. 69, 1998, pp201-209.
- [17] J. Simonsen, R. Jacobsen et R.Rowell.« **Wood-fiber reinforcement of styrene-maleic anhydride copolymers.** », *Journal of Applied Polymer Science.*, Vol. 68,1998, pp 1567-1573.
- [18] D. Maldas e tB.V. Kokta. « **An investigation of the interfacial adhesion between reclaimed newspaper and recycled polypropylene composites through the investigation of their mechanical properties.** », *Journal of Adhesion Science Technology.*, Vol. 8, 1994, pp 1439-1451.
- [20] A.C. Karmaker, A. Hoffmann et G. Hinrichsen. « **Influence of Water Uptake on the Mechanical Properties of Jute Fiber-Reinforced Polypropylene.** »,*Journal of Applied Polymer Science.*, Vol. 54, 1994, pp. 1803-1807.
- [21] D. M. Panaitescu et al. « **L'Effet de l'Interface dans les Composites de Fibres Naturelles et de Matières Plastiques.** ». *Revue Roumaine de Chimie.*, Vol. 52, 2007, pp. 409-414.
- [22] P. Jandura, B.V. Kokta et B. Riedl. « **Thermal Degradation Behavior of Cellulose Fibers Partially Esterified With Some Long Chain Organic Acids.** »,*Polymer Degradation and Stability.*, Vol. 70, 2000, pp. 387-394.
- [23] S. K. Batra, «**Other long Vegetable fibers: Abaca, Banana, Sisal, Henequen, Flax, Ramie, Hemp, Sun, and Coir.**», In: Menachem Lewin. **Handbook of fiber chemistry.**3eed.Taylor & Francis, 2007, pp476-477.
- [24] M. Abdelmouleh, S. Boufi , M.N. Belgacem et A. Dufresne.« **Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading.** », *Composites Science and Technology.*, Vol. 67, 2007, pp 1627–1639.
- [25] S. A. Paul et al. « **Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite**

materials.», **Composites Part A: Applied Science Manufacturing.**, Vol.39, 2008, pp 1582–

1588.

[26] E. Balnois, F. Busnel, C. Baley et Y. Grohens. « **An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibres.**», **Composite Interfaces.**, Vol.14, 2007, pp 715-731

[27] Bataille. P, Dufourd. M, Sapiéha. S, **Copolymerization of styrene on to cellulose activated by Corona.** Polymer International, (1994), 24, 38 p.7-391.

[28]- Lee, S.M. (1993). Handbook of Composite Reinforcements, (p. 90). Wiley-VCH

[29] E. Balnois, F. Busnel, C. Baley et Y. Grohens. « An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibres.», **Composite Interfaces.**, Vol.14, 2007, pp 715-731.

[30] D. El Hadji Babacar LY, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de Doctorat, L'INP de Grenoble, France, 2008, 218 p. [En ligne], disponible sur

[31] A. Stocchi, B. Lauke, A. Vázquez et C. Bernal. « A Novel Fiber Treatment Applied to Woven Jute Fabric/Vinylester Laminates. ». **Composites Part A: Applied Science Manufacturing.**, Vol. 38, 2007, pp 1337-1343.

[32] Kolar. J, Strlic. M, Pentzien. S, Kautek. W, **Near-UV, visible and IR pulsed laser light interaction with cellulose,** Appl. Phys. (2000), 71, p. 87–90.

[33] Kolar. J, Strlic. M, Müller-Hess. D, Gruber. A, Troschke. K, Pentzien. S, Kautek. W, **Near-UV and visible pulsed laser interaction with paper,** J. Cult. Heritage 1 (2000) S221–S224

[34] Liu. F.P, Wolcott. M.P, Gardner. D.J, Rials. T.G, **Characterization of the interface between cellulosic fibers and a thermoplastic matrix.** Compos. Interfaces , (1994), 2, p.419-432.

[35] Xing. C, **Characterization of urea-formaldehyde resin efficiency affected by four factors in the manufacture of medium density fibre board.** Thèse de doctorat. Département des sciences du bois et de la forêt de l'Université Laval, *Québec, Canada, (2003).*

[36] Lange. D.A, Jennings. H.M, Shah. S.P, **Analysis of surface roughness using confocal**

microscopy. J. Mater. Sci,

(1993), 28, p.3879-3884.

[37] Demarty. C-H, Grillon. F, Jeulin. D, **Study of the contact permeability between rough surfaces from confocal**

microscopy. Microscopy, microanalysis, microstructures , (1996), 7, p.505-511.

[38] Boeglin. N, Masson. D, Pizzi. A , **Interfacial mechanical bonding by SEM of wood and plastic composites.** Holz als Roh- und Werk, (1996), 54, p;48-53

[39] Colom. X, Carrasco. F, Pagès. P, Canavate. J, **Effects of different treatments on the interface of HDPE/lignocellulosic fiber composites,** Composites Science and Technology (2003), 63, p. 161-169.

[40] Jandura. P, Kotka. B.V, Riedl. B, **Fibrous Long-Chain Organic Acid Cellulose Esters and their characterization by diffuse reflectance FTIR spectroscopy, solid state CP/MAS 13C-NMR and X-ray diffraction.** J. App. Polym. Sci, (2000), 78, p.1354-1365.

[41] Schreiber. H.P, Lloyd. D.R, **Overview of inverse gas chromatography.** ACS Symposium series, American Chem. Soc. , chap1, 1-10, Washington DC, USA, (1989)

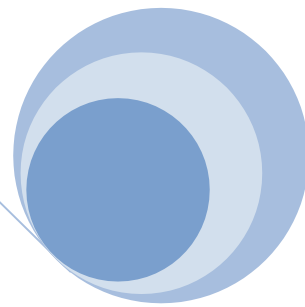
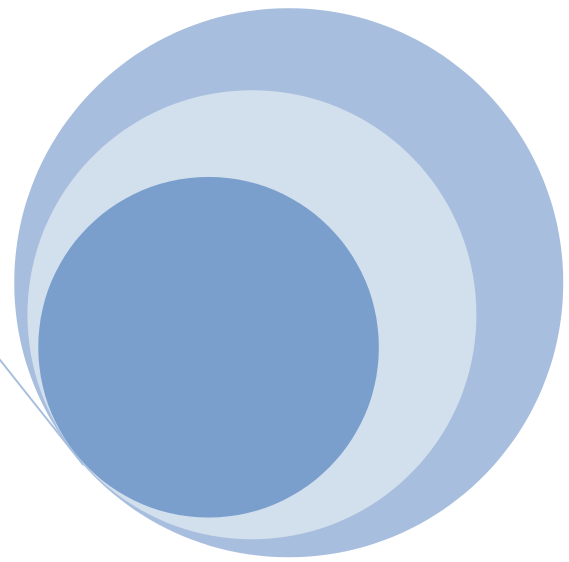
[42] Kamdem. D.P, Riedl. B. **Inverse gas chromatography of lignocellulosic fibers coated with a thermosetting polymer: Use of peak maximum and conder and young methods.** Journal of Colloid And Interface Science, (1992), 150, p.507-516.

[43] Beckert. W, Lauke. B, **Critical discussion of the single-fibre pull-out test: Does it measure adhesion?.** Compos. Sci. Tech, (1997),57, p.1689-1706.

[44] Simonsen. J, Jacobsen. R, Rowell. R, **Wood-fiber reinforcement of styrene-maleic anhydride copolymers.** J. App. Polym. Sci, (1998), 68, p.1567-1573.

[45] Kamoun. C, Pizzi. A, Garcia. R, **The effect of humidity on cross-linked and entanglement networking of formaldehyde-based wood adhesives.** Holz als Roh- und Werk- , (1998), 56, p.235-243.

[46]**Jean Marie. Berthelot,** Matériaux composites « comportement mécanique et analyse des Structures », édition TEC et DOC, 1999.



*Chapitre III : Techniques de
caractérisation de
matériaux composite*



III.1.introduction

Pour caractériser certains matériaux composite, on s'aide de plusieurs types de méthodes (observation au microscope, essais : mécaniques, morphologique et physicochimique ou autres) et ce en se basant sur certaines propriétés de ces matériaux. Dans ce qui suivra on va s'intéresser dans cette partie aux méthodes de caractérisation de matériaux composite

III.2. Les analyses spectrales :

III.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF)

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse utilisée pour l'identification des groupements fonctionnels qui apparaissent sous forme de bande d'absorption, Le spectre infrarouge IR est étudié dans une gamme de fréquence allant de 4000 à 400 cm^{-1} , les bandes les plus caractéristiques se distinguent dans trois régions différentes :

- * 4000 cm^{-1} à 1500 cm^{-1} : contient les bandes d'allongement correspondant au principal groupement OH, CO, NH_2 etc.
- * 1500 cm^{-1} à 600 cm^{-1} : c'est une région complexe appelé empreinte digital du composé dans laquelle se situe de nombreuse vibrations de déformation ainsi que des bandes d'allongement des liaisons CO tel que les esters, les éthers et alcools.
- * 1000 cm^{-1} à 600 cm^{-1} : c'est une zone très utilisée pour la détermination des structures éthylique et aromatique.

Dans cette présente étude les spectres IR de la fibre issue des déchets de menuiserie traité et non traité ont été enregistré sur un spectrophotomètre de type **SHIMADZU FTIR -8400 S**, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm^{-1} dans la région 400 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} . L'analyse est réalisée sur des mélanges de KBr et farine de bois sous forme de pastilles de proportion 0,08 et 0,02 mg respectivement, préparées sous une pression de l'ordre de 90 kN. Cette analyse est capable de révéler les principales différences entre la fibre de bois traitée et non traitée, et de fournir des informations sur l'efficacité des traitements chimique effectués.

III.2.2. Diffraction des rayons X (DRX)

Les mesures de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil **Bruker D8**, en utilisant la raie Cu-K α de longueur d'onde $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$. La source de rayons X est un tube en céramique muni d'une anode de cuivre et alimenté par un courant de 30 kV et une intensité de 25 mA. Chaque balayage est effectué avec un pas de $0,05^\circ$ et un temps de mesure de 0,08 secondes/pas. Tous les essais ont été exécutés avec $2\theta = 5^\circ$ et $2\theta = 70^\circ$. Les échantillons ont été préparés sous la forme de films de 1 mm d'épaisseur environ, par compression sur une presse manuelle à 190°C .

Elle est utilisée, essentiellement, pour identifier les distances interlamellaires notée d , et ce grâce à la formule de Bragg donnée comme suit [1]:

$$K\lambda = 2d \sin\theta \quad \text{III-1}$$

Où :

K: l'ordre de la diffraction (nombre entier positif). Comme on peut déterminer la taille des cristaux (L) à partir de la loi de Bravais [1]

$$L = K\lambda/\beta \cos\theta \quad \text{III-2}$$

β : la largeur du pic en radian.

De nombreuses études citent la méthode de Ségal afin d'estimer l'indice de cristallinité des fibres naturelles. Cet indice, I_c , est déterminé d'après l'équation (III-3) en utilisant les intensités des raies 002 (I_{002} , $2\theta = 22,7^\circ$), et 110 (IAM, $2\theta = 18^\circ$). I_{002} représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors que IAM représente seulement la partie amorphe [2].

$$I_c = [(I_{002} - I_{AM})/I_{002}].100 \quad \text{III-3}$$

D'autre part, l'utilisation de la DRX offre une facilité pour évaluer les indices cristallins (C_r) des composites en utilisant l'équation [3] :

$$C_r\% = (A_c/A_T).100 \quad \text{III-4}$$

Où :

A_c : est l'aire en dessous du pic de diffraction du plan (002), pic à $2\theta = 22,5^\circ$, et à partir du plan (101), pic à $(13-18^\circ)$.

A_T : est l'aire au-dessous de toute la région dans les spectres DRX.

III.3. Analyse morphologique (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électron - matière. Le MEB consiste en un faisceau d'électron balayant la surface de l'échantillon analysée par différents détecteurs permettant ainsi de reconstruire une image virtuelle de l'objet observé par MEB en trois dimensions de la surface de l'échantillon [4], les électrons incidents excitent la couche superficielle de l'échantillon et donnent naissance à des zones lumineuses alors que les creux apparaissent plus sombres [5].

III.4. Essais mécaniques

Plusieurs essais mécaniques ont été réalisés afin d'étudier l'effet du traitement sur les propriétés mécaniques des matériaux composites et sur l'adhésion entre les fibres et la matrice polymérique. Ces essais ont été effectués selon les normes présentées dans le **tableau III.1**. Les tests ont été effectués dans des conditions ambiantes de 30% d'humidité relative et une température moyenne de 20°C. Les instruments de mesure des dimensions des éprouvettes sont un pied à coulisse de résolution $\pm 0,01$ mm et un micromètre de résolution $\pm 0,001$ mm.

tableau III.1 : les normes des essais :

Tests	Normes	Dimensions
Traction 1	ISO527 type SA	75 x 12,5 x 4 mm
Traction 2	ASTM D 638 type IV	142 x 19 x 6 mm
Flexion trois-points	ASTM D 4812	12 x 126 mm
Immersion dans l'eau	ASTM D 570	50 mm
Calorimétrie différentielle à balayage	ASTM D 3417	-

III.4.1. Essai de traction

Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues selon la norme ISO 727 sur une machine de la marque DYNAMOMETRE WDT-20KN. Les éprouvettes ont été testées à la température ambiante à la vitesse de déplacement de 10 mm/min. Les propriétés en traction (module d'élasticité (**E**), contrainte à la rupture **σ_r** , déformation à la rupture **ϵ_r**) sont évaluées à partir des courbes contrainte- déformation.

III.4.1.1. Module d'élasticité :

C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit :

$$E = \sigma/\epsilon \text{ (N/m}^2\text{)} \text{ (III-6)}$$

E : Module d'élasticité (MPa);

σ : Contrainte (N/m²);

ϵ : Déformation (%).

III.4.1.2. Contrainte à la rupture :

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma_r = F/S \text{ (N/m}^2\text{)} \text{ (III-7)}$$

F: Charge de traction supportée par l'éprouvette (N);

S: Section initiale (m²).

III.4.1.3. Allongement à la rupture:

C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette. Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante:

$$\epsilon_r = \Delta l/l_0 \text{ (%)} \text{ (III-8)}$$

Δl = **l** - **l₀**: Allongement à la rupture;

l₀: Longueur initiale de l'éprouvette;

I : Longueur finale de l'éprouvette.

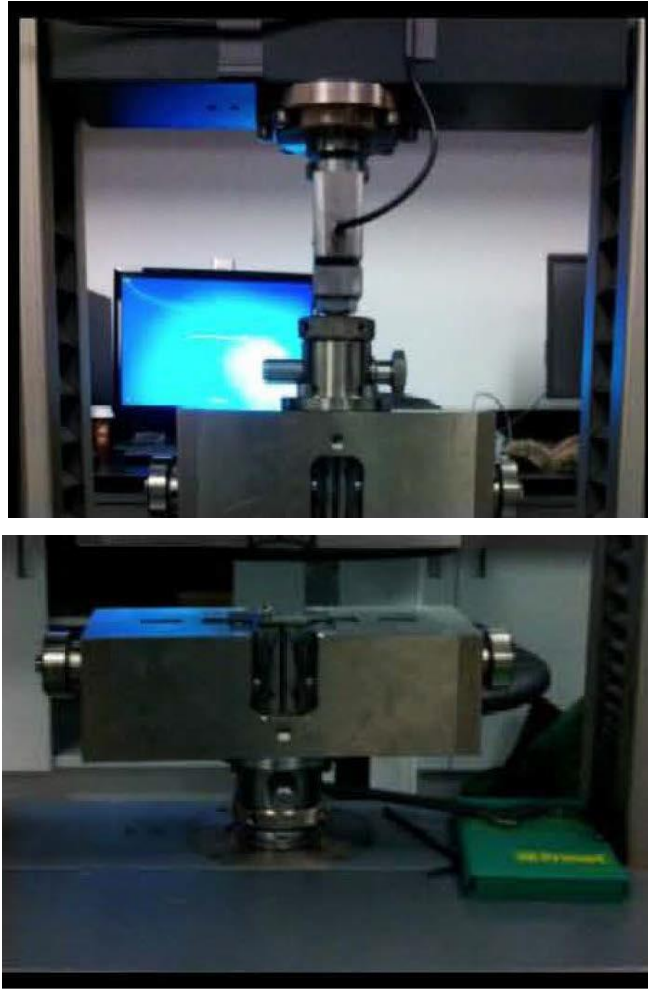


Figure III-1: Dispositif de mesure utilisé pour le test de traction

III.4.2. Test de choc

Les essais ont été réalisés à l'aide d'un appareil de marque CEAST et de type (RESIL IMPACTOR), qui consiste fondamentalement en un pendule lourd portant à son extrémité libre un matériau, un emplacement pour éprouvette, ainsi qu'un cadran indicateur de l'énergie absorbée au cours du choc. L'entaille que l'on introduit pour concentrer les contraintes et fragiliser l'éprouvette est de 2mm. Le choc est donné au centre de l'éprouvette par un marteau de 7,5 Kg.

a) Détermination de la résistance au choc a_n a_n : La résilience pour éprouvette sans entaille (KJ/m²).

$$a_n = A_n / b \cdot h \text{ (KJ/m}^2\text{)} \quad \text{(III-9)}$$

Avec:

A_n : L'énergie cinétique absorbé par l'éprouvette sans entaille au moment de l'impact(KJ);

b : Largeur de l'éprouvette mesurée au centre de celle-ci en (m) ;

h: L'épaisseur de l'éprouvette en (m) ;

b) Détermination de la résistance au choc a_k a_k : La résilience pour éprouvette avec entaille (KJ/m²)

$$a_k = A_k / (b-2) \cdot h \quad \text{(III-10)}$$

A_k : L'énergie cinétique absorbée par l'éprouvette entaillée au moment de l'impact (KJ);

$b-2$: La largeur de l'éprouvette en (m).

h: L'épaisseur de l'éprouvette en (m) ;

III.4.3. Essais de Flexion

L'essai de flexion est utilisé dans le but de déterminer le module d'élasticité (E_f), la résistance (R_{mf}) ainsi que la déformation maximale en flexion. Ce test consiste à appliquer une charge au milieu d'une éprouvette située sur deux appuis, comme le montre la **Figure III-2**.

Les équations utilisées pour de déterminer les paramètres cités précédemment sont les suivantes (Baillon et Doriot 2000):

$$E_f = \frac{F_p \cdot L^3}{4 \cdot b \cdot h^3}$$

$$R_{mf} = \frac{3 \cdot F_m \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

$$\epsilon_f = \frac{6 \cdot R_{mf} \cdot h}{L_f^2}$$

Où,

L_f : Longueur entre appuis (mm);

b : Largeur (mm);

F_p : Force mesurée à la limite proportionnelle (N);

h : Épaisseur (mm);

F_m : Force maximale mesurée (N)

Les essais de flexion ont été réalisés suivant la norme ASTM D 4812 .La distance entre les appuis est de 80 mm et la vitesse de la charge est de 3,44 mm/min. La machine utilisée est la même utilisée pour l'essai de traction. Pour chaque mélange, 5 éprouvettes ont été testées.



Figure III-2:Dispositif de mesure utilisé pour le test de flexion

III.5. L'essai thermique

III.5.1. Caractérisation thermique par l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)

Cette technique est utilisée pour étudier les différentes transitions thermiques des polymères lorsqu'ils subissent une variation de température. Son principe de fonctionnement est de mesurer la différence d'énergie entre un creuset contenant l'échantillon et un creuset vide de référence, en fonction de la température. Lorsqu'une différence de température est générée entre l'échantillon et la référence, le calorimètre ajuste la puissance d'entrée de manière à réduire cette différence. Un signal proportionnel à la puissance fournie à l'échantillon (ou à la référence) est enregistré [6].

Le principe de mesure consiste à déterminer la quantité d'énergie à apporter au matériau pour que la température de l'échantillon soit identique à celle de l'échantillon de référence.

Le signal enregistré est proportionnel à la différence de chaleur fournie à l'échantillon. Les mesures ont été effectuées au moyen d'un calorimètre différentiel à balayage de marque "NETZSCH.DSC 200 PC" avec des échantillons de 15,5 mg dans la gamme de température allant de 20°C à 220°C, pour une vitesse de chauffage de 10°C/min. Les enthalpies de fusion ΔH_m ont été évaluées à partir de l'aire des pics de fusion. Le taux de cristallinité X_c est alors déterminé par la relation:

$$X_c(\%) = (\Delta H_m / \Delta H_\infty) \cdot 100 \quad \text{(III-11)}$$

X_c (%): Taux de cristallinité;

ΔH_m : Enthalpie de fusion expérimentale;

ΔH_∞ : Enthalpie de fusion d'un échantillon de PE 100% cristallin, 280 (J/g) [7].

Tableau III-2 : Protocole opératoire pour l'essai de calorimétrie différentielle à balayage

Monter à 10°C/ min. jusqu'à 220°C
Isotherme pendant 5 min.
Diminuer à 10°C/ min. jusqu'à 20°C
Isotherme pendant 5 min.
Monter à 5°C/ min. jusqu'à 220°C
Isotherme pendant 5 min.
Diminuer à 5 C/min. jusqu' à 20°C



Figure III-3: Appareil de calorimétrie différentielle à balayage

III.5.2 L'analyse thermogravimétrique (ATG)

Les analyses thermogravimétriques (ATG) sont réalisées à l'aide d'un équipement Perkin Elmer TGA 4000. Toutes les caractérisations sont menées sur des échantillons des composites avec une vitesse de montée en température de 10°C/min, de 25°C à 600°C et sous azote. Cette méthode permet de déterminer la température de dégradation des matériaux et donc la stabilité thermique des composites.

III.6. Test d'absorption d'eau

Toutes les éprouvettes ont été séchées durant 24h dans une étuve à 60°C avant l'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante. Puis, elles ont été tirées au fur et à mesure de l'eau, essuyé soigneusement avec du papier, ensuite la masse des échantillons a été mesuré. Le taux d'absorption d'eau a été calculé suivant la formule:

$$\text{Taux d'absorption d'eau (\%)} = [(Me-Mo)/Mo].100 \quad \text{(III-12)}$$

Mo: La masse de l'échantillon avant l'immersion (g);

Me: La masse de l'échantillon après l'immersion (g) ;

III.7. Caractérisation rhéologique

L'objet cet essai est de mesurer, en unités arbitraires, la fluidité à chaud des matières thermoplastiques dans des conditions définies de température et de pression. Donc l'indice fluidité est une grandeur très indispensable pour pouvoir étudier du point de vue pratique, le comportement à l'état fondu d'un polymère.

Ce test a utilisé par un appareil type "MELT-INDEXER modèle 5", qui consiste en un cylindre d'axe vertical placé dans un four et se termine à son extrémité par une filière standard de longueur 8 mm et de diamètre 2,09 mm. L'indice de fluidité est le débit gravimétrique mesuré de l'échantillon extrudé à travers cette filière. Les essais ont été effectués selon la norme ASTM D-1238 sous une charge de 2,16 Kg et la température utilisé 190 °C.

Calcul de l'indice de fluidité: L'indice de fluidité est calculé en utilisant la formule:

$$\mathbf{IF = 600m/t \text{ (g/10min)}} \qquad \qquad \qquad \mathbf{(III-13)}$$

IF: Indice de fluidité;

m: Poids moyen de l'extrudât (g);

t: Temps (s).

III.8. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons identifié le type de tests les plus utilisés pour déterminer les propriétés mécaniques et physiques et le comportement des matériaux composite et ce afin de déterminer les méthodes et technique d'analyse utilisée pour l'identification des groupements fonctionnels qui apparaissent sous forme et réalisés afin d'étudier l'effet du traitement sur les propriétés mécaniques des matériaux composite et sur l'adhésion entres les fibres et la matrice polymérique

Références bibliographiques


- [1] P. Saha et al. «**Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam Treatment.** ». **Bioresource Technology.**, Vol. 101, 2010, pp. 3182–3187.
- [2] A.K. Mohanty, M.A. Khan et G. Hinrichsen. «**Surface modification of jute And its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites.** ». **Composites Science and Technology.**, Vol. 60, 2000, pp.1115-1124.
- [3] M.A. Sawpan, K.L. Piquekering et A. Fernyhough.« **Effect of various chemical treatments on the fiber structure and tensile properties of industria hemp fibers**», **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.**, Vol. 42, 2011, pp 888–955.
- [4] : **Manel Hadadi**, Propriétés de transport des matériaux hétérogènes à renfort naturel : Approche expérimental et modélisation numérique, thèse de doctorat, Université Hadj Lakhdar de Batna, p51, 2015.
- [5] : **Samira Nedjma**, Effet de la modification chimique des déchets lignocellulosiques sur les propriétés physico-chimiques des composites PVC/Papier journal, thèse de doctorat, Université de Bejaia, p95, 2014.
- [6] D.R. Mulinari et al. «**Sugarcane bagasse cellulose/HDPE composites obtained by extrusion.** ». **Composites Science and Technology.**, Vol. 69, 2009, pp.214-9.



Chapitre IV :

Review

***Analyse des travaux réalisés dans le domaine de l'influence
du traitement à base de bicarbonate de sodium
Sur la fibre végétale.***



IV.1. Introduction :

Les matériaux composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit le moins coûteux possible, soit le plus performant, et dans l'idéal les deux à la fois. La finalité de la mise en œuvre d'un composite est de combiner deux ou plusieurs matériaux (renfort, matrice) tout en créant une synergie entre ces différents constituants afin qu'il en résulte un produit plus performant que chacun des composants pris individuellement. Pour le renforcement, les fibres issues de la biomasse présentent de nombreux atouts (impacts environnementaux faibles, bonnes propriétés mécaniques spécifiques). Il s'agit de ressources renouvelables, naturellement biodégradables, neutres quant aux émissions de CO₂ et ne demandant que peu d'énergie pour être produites. Ces fibres peuvent se substituer aux fibres de verre dans de nombreux domaines pour permettre d'atteindre de nouveaux marchés [1].

Ce chapitre examine et analyse les dernières tendances publiées dans le contexte des traitements des fibres végétales avec un nouveau traitement chimique écologique qui est : **le bicarbonate de sodium** tout en fournissant un aperçu des fibres naturelles pour les composites, avec la se concentrer sur les propriétés et différentes techniques utilisées dans ce domaine

L'originalité de ce chapitre de recherche présenté dans ce mémoire réside dans le fait d'associer une analyse précise et rigoureuse portant sur la chimie des interfaces fibre/matrice avec une caractérisation mécanique, afin de mieux appréhender l'influence de la qualité de ces dernières sur les propriétés des composites. Plus précisément, notre démarche repose sur le regroupement **des travaux déjà réalisés concernant l'effet de cette nouvelle technologie écologique et un traitement rentable à base de solution de bicarbonate de sodium sur les propriétés des fibres végétales et de ses composites**. Et cela en raison de comparer des travaux ayant un point commun et une approche expérimentale similaire à notre travail afin de déterminer les modifications qu'elles engendrent sur l'interface fibre/matrice.

IV.2.L'analyse physique des différentes fibres traitées ;

IV.2.1.Mesure de La densité et leDiamètre :

Dans le but d'améliorer l'adhésion de l'interface fibre/matrice des composites, le traitement au NaHCO₃ a été utilisé pour contribuer à l'augmentation de la densité et la rigidité des fibres et à réduire la stabilité thermique. Dans cette étude [V. Fiore et al \(2016\)](#) ont caractérisé l'utilisation de bicarbonate de sodium commercial (c'est-à-dire du bicarbonate de soude) sur les propriétés de la fibre de sisal et de ses composites. En particulier, les fibres de sisal brutes ont été traitées avec une solution de bicarbonate de sodium à 10 % en poids pendant différentes périodes (24, 120 et 240 h), à température ambiante. Les

paramètres statistiques caractéristiques du diamètre des fibres brutes et traitées sont indiqués dans le tableau 1.

Les densités, mesurées à l'aide d'un pycnomètre à hélium, se sont avérées être de $1,2442 \pm 0,0015$ g / cm³, $1,2431 \pm 0,0013$ g / cm³, $1,2428 \pm 0,0011$ g / cm³ et $1,2420 \pm 0,0010$ g / cm³ pour RAW, T-24 h, T- Fibres 120 h et T-240 h, respectivement. Par conséquent, la densité de la fibre de sisal n'a pas été influencée par le traitement proposé. Au contraire, d'après le tableau 1, il est intéressant de noter que le diamètre des fibres diminue avec l'augmentation de la durée du traitement. De même, les valeurs de rapport d'aspect (L / d) correspondantes augmentent en augmentant la durée du traitement. En particulier, en tenant compte de la longueur de fibre (c.-à-d. 30 mm) et des valeurs moyennes rapportées dans le tableau 1, le rapport d'aspect des fibres RAW s'est avéré être de 123,7 alors que pour les fibres traitées, il était de 214,6 (T-24 h). , 212,8 (T-120 h) et 252 (T-240 h). L'incrément du rapport d'aspect est important car c'est l'un des paramètres les plus influents régissant les propriétés mécaniques des composites polymères renforcés de fibres courtes.

Pour [Santo et al\(2019\)](#) les fibres de coco sont traitées avec une solution de NaHCO₃ à 10% en poids pendant différentes périodes (24, 96 et 168 h). Les fibres de coco sont traitées avec une solution de NaHCO₃ à 10% en poids pendant différentes durées (24, 96 et 168 h).

Le calcul de la densité apparente exclut le volume des pores ouverts, qui sont augmentés après le traitement qui sont 0.83 ± 0.02 g / cm³, 1.01 ± 0.02 g / cm³ , 1.02 ± 0.03 g / cm³ et 1.04 ± 0.03 pour un temps 0 h, 24 h, 96 h et 168 h respectivement . Dans ce cas, la réduction du volume apparent de fibres est plus pertinente que la perte négligeable de masse de fibres, conduisant à l'augmentation de la densité apparente des fibres traitées.

Tableau IV-1 : Amélioration des propriétés de fibres.

N°	Auteurs	Région de l'argile	Nom de Fibre	diamètre traité [μ m]	Longueur de fibre (mm)	Les densités g/cm ³
01	V. Fiore et al.	Brésil, Tanzanie	sisal	242.6	30 mm.	1.2442 \pm 0.0015
02	J.C.d. Santos et al.	dans les régions tropicales « Brésil ..	coco	200	20 - 180	0.83 \pm 0.02 1.04 \pm 0.03
03	Bedjaoui et al.,	Brésil, Tanzanie	palmier	18.68 \pm 3.43	50-97	-
04	Hossain et al	dans les régions tropicales	Sisal		5-35	1.45 \pm 0.0015
5	m. r. Abdul karim et al.	-	bambou	~250–500	~5–8	0.5- 0.8

Tableau IV-2 Paramètres statistiques caractéristiques des diamètres de fibres végétales

	Fiber	T-24 h	T-120 h	T-240 h
Paramètre d'échelle [mm]	267,7	149,	153,5	128,5
Paramètre de forme	3,67	6,64	4,90	5,46
Valeur moyenne [mm]	242,6	139,8	141,0	119,1
Écart type [mm]	67,3	25,7	31,6	22,3
Médiane [mm]	238,6	140,6	142,6	117,0
Corrélation	0,98	0,98	0,98	0,99

IV.3. L'analyse chimique des différentes fibres :

IV.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF) :

Selon **V. Fiore et al** : Le spectre AFTIR de fibre végétale met en évidence les pics d'absorbance les plus intéressants. Le pic à 3347 cm⁻¹ peut être provoqué par la vibration d'étirement O-H et liaison hydrogène des groupes hydroxyle [1]. Les pics à 2917 cm⁻¹ et 2850 cm⁻¹ sont les bandes caractéristiques la vibration d'étirement C-H de CH et CH₂ dans la cellulose et composants hémicellulose [2] tandis que la bande d'absorption centrée à 1730 cm⁻¹ peut être attribuée au groupe carbonyle CO étirement des vibrations de la liaison de l'acide carboxylique dans la lignine ou l'estergroupe dans l'hémicellulose [3].

Le pic centré à 1592 cm⁻¹ peut s'expliquer par la présence d'eau dans les fibres [4] alors que le petit pic à 1504 cm⁻¹ est attribué à l'étirement C-C de l'anneau aromatique de la lignine. L'absorbance à 1425 cm⁻¹ est associée au CH₂ flexion symétrique présente dans la cellulose. Les deux pics observés à 1365 cm⁻¹ et 1318 cm⁻¹ sont attribués à la flexion vibration des groupes C-H et C-O de l'anneau aromatique polysaccharides [5] tandis que le pic d'absorbance est centré à 1237 cm⁻¹ est dû à la vibration d'étirement C-O de l'acétyle groupe dans la lignine [6].

Les deux pics à 1102 cm⁻¹ et 1033 cm⁻¹ sont associés à Vibration d'étirement C-O-C de l'anneau pyranose dans les polysaccharides. La bande intense à deux épaules, centrée sur 1033 cm⁻¹, peut être associée aux modes d'étirement C-O de l'hydroxyle et groupes éther dans la cellulose Le pic à 898 cm⁻¹ peut être attribuée à la présence de liaisons β-glycosuriques entre les monosaccharides tandis que l'absorbance à 558 cm⁻¹ correspond à la flexion C-OH [7].

Les effets du traitement au NaHCO₃ sur les surfaces des fibres de sisal ont été également étudiés en utilisant FTIR **Figure IV-1.b**. Les pics FTIR sont corrigés de la ligne de base à 3347 cm⁻¹ Le pic 1730 cm⁻¹, attribué au groupe carbonyle C-O étirement vibration de liaison de carboxylique.

L'acide dans la lignine ou le groupe ester dans l'hémicellulose, n'est pas présent dans les fibres traitées. Comme indiqué dans la littérature [6], la suppression de l'hémicellulose des surfaces des fibres fait disparaître ce pic. Par ailleurs, il convient de noter que le pic à 1237 cm⁻¹ est plus petit pour les fibres traitées que pour les fibres brutes. Comme discuté ci-dessus, ce pic est un tronçon C-O du groupe acétyle de la lignine et il est réduit car la lignine est partiellement éliminée de la surface des fibres [6].

convient de noter que, comme pour la mercerisations, en prétraitant fibres de sisal avec du bicarbonate de sodium, l'élimination de l'hémicellulose et une réduction de la lignine des fibres de surface peuvent être obtenu.

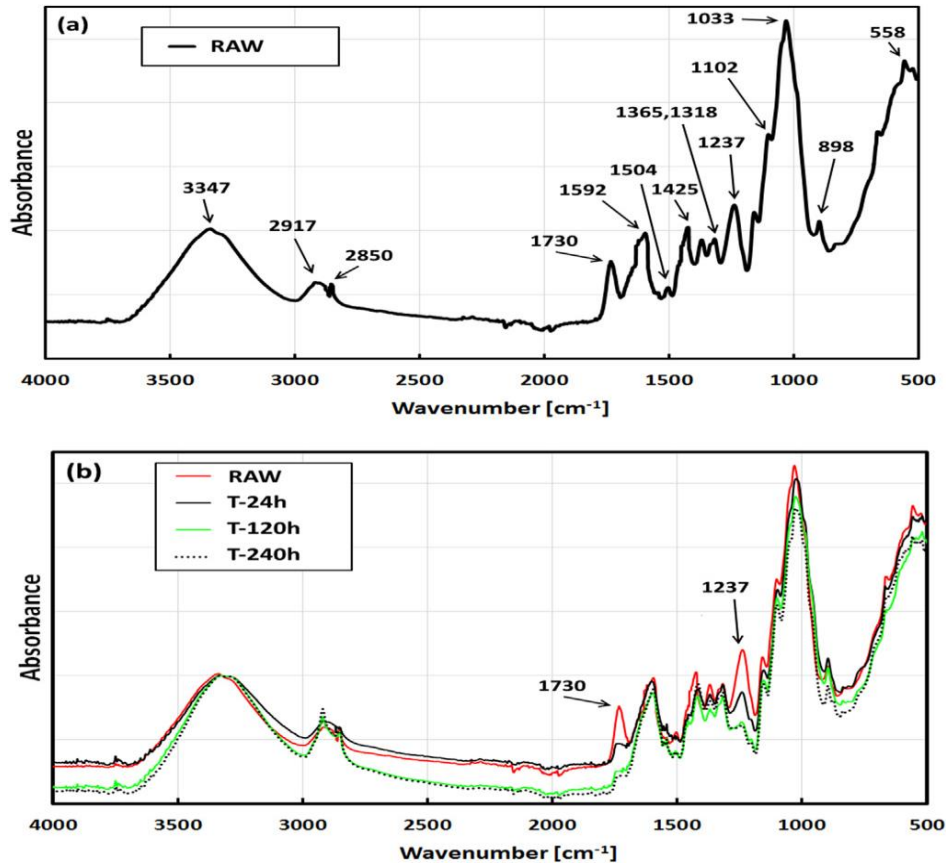


Figure IV-1. Spectres FTIR de (a) RAW et (b) fibres de sisal traitées.

Dans le même travail [J.C.d. Santos et al.](#) ont étudié l'effet de bicarbonate de sodium sur les fibres de coco traitées et non traitées qui sont présentées dans la **Figure IV-2**. Les pics caractéristiques vers 1735 (étirage du groupe carbonyle (C = O)) et 1245 cm⁻¹ sont attribués à la présence d'hémicellulose [17]. Malgré l'atténuation non observée de tels pics après 24 h, le pic environ 1735 cm⁻¹ disparaît après de plus longues périodes de traitement (96 et 168 h) et une diminution du pic autour de 1245 cm⁻¹ est également observé. Ces résultats impliquent l'élimination des cires et une élimination de l'hémicellulose et de la lignine de la surface des fibres. [Chaitanya et al.](#) [18] ont également signalé des observations similaires au cours de FTIR analyse des fibres de sisal traitées au bicarbonate de sodium.

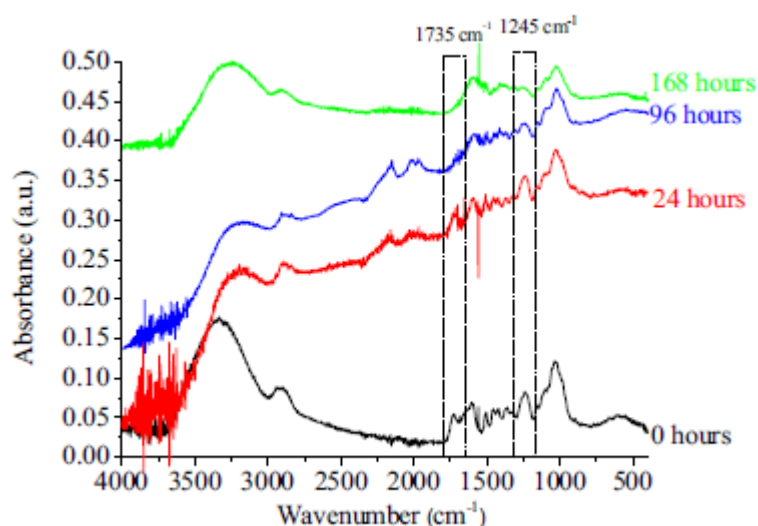


Figure IV-2. Spectres FTIR pour les fibres végétale non traitées et traitées avec du bicarbonate de sodium

Dans cette étude **Bakri et al** ont caractérisé des fibres végétales traitées au bicarbonate de sodium qui sont illustrées dans la figure 6. Le spectre des fibres de coco brutes sur **Figure IV-3(a)** montre la vibration d'étirement OH de la structure cellulosique avec une intensité de crête de 3442 cm^{-1} similaire au résultat rapporté par **Samal et al.** [27]. Cette intensité maximale a tendance à se déplacer après le trempage du bicarbonate de sodium. La position d'intensité entre 3200 et 3600 cm^{-1} suggère une forte bande de cellulose, d'hémicellulose et de lignine de fibre de coco [28].

La cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont les principaux composants chimiques de la fibre de coco. Un pic à 2912 cm^{-1} est une bande caractéristique pour les vibrations d'étirement C-H de la cellulose / hémicellulose [27]. La liaison C = O de l'hémicellulose dans la fibre végétale est présentée par une bande de 1743 cm^{-1} qui change après le traitement au bicarbonate de sodium. Bandes de pointe à 1602 cm^{-1} et 1512 cm^{-1} de fibre de fibre de coco brute liée à la vibration d'étirement aromatique C = C due à la lignine [28, 27]. Ensuite, des bandes de 1030 à 1462 cm^{-1} de fibre de fibre de coco brute sont associées à diverses affectations possibles, y compris les vibrations d'étirement C-O / C-C, l'étirement asymétrique en anneau de phase, l'étirement C-O-C asymétrique, l'interaction entre le flexion OH et l'étirement C-O, la vibration de flexion C-H aliphatique, OH en flexion plane et vibration de flexion CH₂ dans le glucopyranose de cellulose [27].

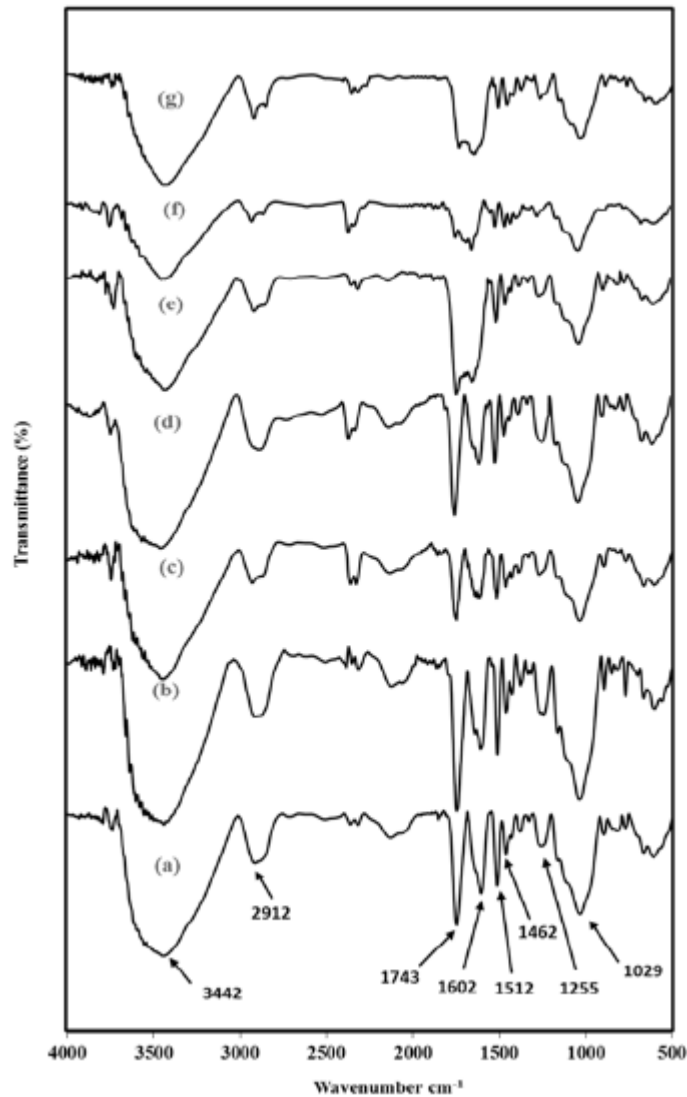


Figure IV-3. Spectre FTIR (a) de fibres végétales ; fibres de traitées à (b) 8%, (c) 10% et (d) 12% de NaHCO_3 pendant 24 heures et fibres de végétales traitées au NaHCO_3 à (e) 8%, (f) 10% et (g) 12% de NaHCO_3 pour 120 heures.

de Hossain et al ont présenté un travail concernant Effet du traitement chimique sur les propriétés physiques et mécaniques et propriétés thermiques des fibres naturelles pures et traitées **Figure IV-4**. Pour les fibres végétales (**Figure IV-4(a)**) montre clairement la bande de caractéristiques fortes et larges de ($-\text{OH}$) aux régions de $3600\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$, lignine et hémicelluloses à environ $1731,5\text{ cm}^{-1}$, et ($\text{C}-\text{H}$) anneaux aromatiques et alcane à $2920,5\text{ cm}^{-1}$ [24]. La fibre traitée aux alcalis (**Figure IV-4(b)**) montre la bande caractéristique de ($-\text{OH}$) de forte concentration à environ $3452,2\text{ cm}^{-1}$ et des noyaux aromatiques et alcanes à environ $2921,8\text{ cm}^{-1}$. Les pics pour la lignine et les hémicelluloses ne sont pas très important. Le traitement de base au Cr_2SO_4 a montré une absorption pic au nombre d'onde de

3446,7 cm^{-1} (**Figure IV-4(c)**). Double la fibre de base traitée au Cr_2SO_4 et au NaHCO_3 a montré ($-\text{OH}$) vibration d'étirement à 3473,6 cm^{-1} nombre d'onde (**Figure IV-4(d)**).

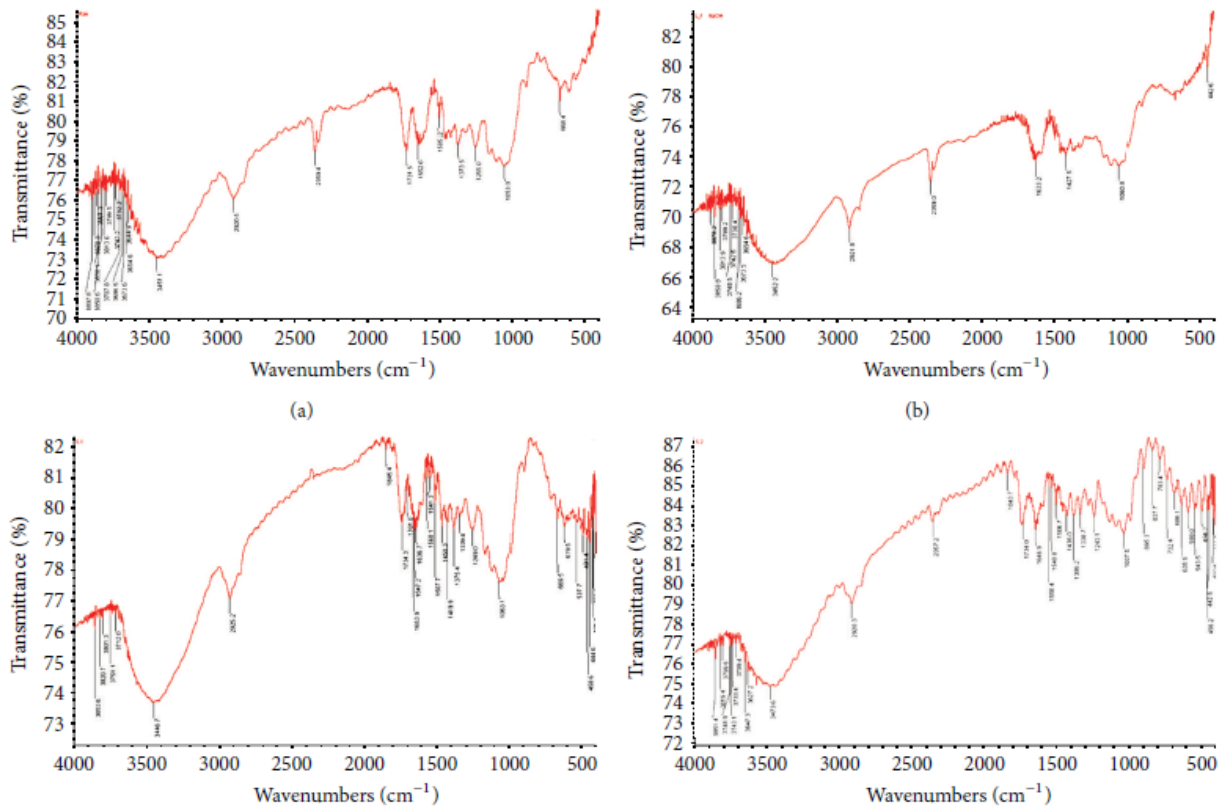


Figure IV-4: la bande de caractéristiques FT-IR

m. r. abdul karim et al ont observé les changements de structure chimique causée par le traitement, les fibres traitées et non traitées ont été analysés en FTIR et spectres pour les deux types de les fibres ont été enregistrées, comme le montre la **Figure IV-14** avec les pics importants marqués. En tant que fibres non traitées avoir plus de lignine que le produit traité celles qui atteignent un pic à 1633 cm^{-1} pour les fibres non traitées est plus important que pour ceux traités qui est en conformément aux conclusions tirées déjà publiées littérature [37]. Cette diminution de l'intensité maximale a confirmé que l'alcali utilisé pour le traitement a également aidé dans l'élimination de la teneur en lignine des fibres.

Les spectres FTIR des fibres traitées et non traitées n'ont pas montrent un changement significatif dans les pics, sauf l'un des pics a disparu alors que l'intensité des autres pics diminué montrant la suppression de certains composants des fibres. Le pic à 3407 cm^{-1} correspond à étirement de la liaison hydroxyle ($\text{OH}-$) présente dans la cellulose et l'hémicellulose, mais l'intensité de ce pic dans le nombre de fibres traitées a diminué en raison de la raison que le traitement au Na_2CO_3 a provoquée l'élimination de l'hémicellulose. Les pics à 2918 cm^{-1} correspondent à l'étirement C – H vibration [38]. Chan et al.

[39] ont observé une disparition du pic à 1718 cm^{-1} lorsque les fibres de bambou ont été traitées avec NaOH. Le traitement au Na_2CO_3 a également eu le même effet de supprimer le pic C = O à 1718 cm^{-1} qui a également confirmé que le carbonate de sodium convient très bien à l'élimination de l'hémicellulose comme le montre la **Figure IV-14**. La disparition de ce pic est également une indication que le traitement est trèsconvenient à l'élimination de l'hémicellulose du fibres. Le pic marqué à 1159 cm^{-1} est dû à un pic d'absorption de la cellulose [40]. Pic dû à C – O et une vibration d'étirement C – C est observée à 1032 cm^{-1} .

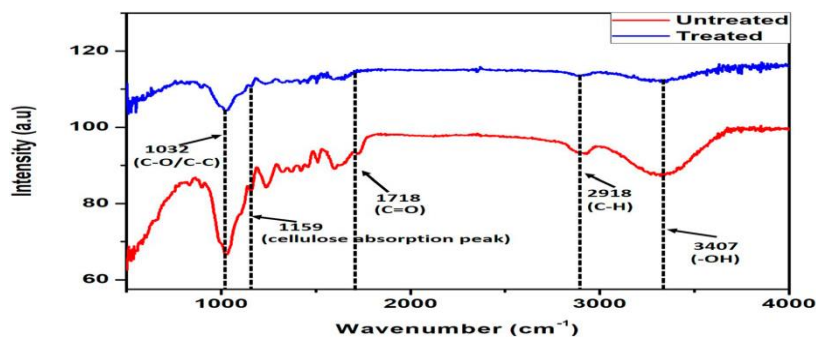


Figure IV-14. Spectres FTIR des fibres traitées et non traitées

IV.3.2. Diffraction des rayons X (DRX) :

J.C.d. Santos et al. ont analysé Les diffractions aux rayons X des fibres de coco à différents traitements les temps sont montrés sur la **Figure IV-5**. L'image révèle que les deux non traités et les fibres de coco traitées présentent le même schéma de diffraction cellulose-I, dans laquelle les principaux pics d'intensité se situent à $2\theta = 16, 23$ et 35 , attribué au (1 0 1), (0 0 2) et (0 4 0) plans cristallographiques, respectivement [19]. En revanche, les pics, pour la cellulose II, qui n'ont pas été retrouvés dans les diffractions, sont censés se situer à $2\theta = 11, 20, 22$ et 37 [20].

Selon **Liu et al.** [27], la transition polymorphe de la cellulose I à la cellulose II est thermodynamiquement favorable en fonction de l'interaction de deux facteurs: concentration de la solution et traitement température, ce qui prouve que le traitement des fibres de coco avec Une solution à 10% en poids de NaHCO_3 constitue une condition bénigne, ne favorise pas une transformation polymorphe de la structure de la cellulose-I à la cellulose II.

Bakri et al., ont analysé la diffraction des rayons X du traitement au bicarbonate de sodium brut et au sodium des fibres de coco **Figure IV-5**. L'indice de cristallinité (IC) des fibres de végétale

traitées a tendance à augmenter, ce qui montre l'amélioration de la restructuration de la cellulose. Il peut également améliorer la résistance à la traction des fibres [29,30].

Le résultat inverse a été trouvé par [Mwaikambo et Ansell](#) [31] où l'IC augmentait avec la résistance à la traction diminuée pour le traitement alcalin de la fibre de sisal. Cela peut se produire parce que le traitement peut entraîner la rupture de la paroi primaire de la fibre qui influence les régions cristallines. Le traitement au bicarbonate de sodium à 12% en poids pendant 24 heures a le plus haut indice de cristallinité (IC) où il s'élève d'environ 14,68% par rapport à la fibre brute. Cependant, l'indice de cristallinité de la fibre de coco dans cette recherche est inférieur à celui rapporté auparavant par [Satyanarayana et al.](#) [32], [Tomczak et al.](#) [33] et [Arsyad et al.](#) [34].

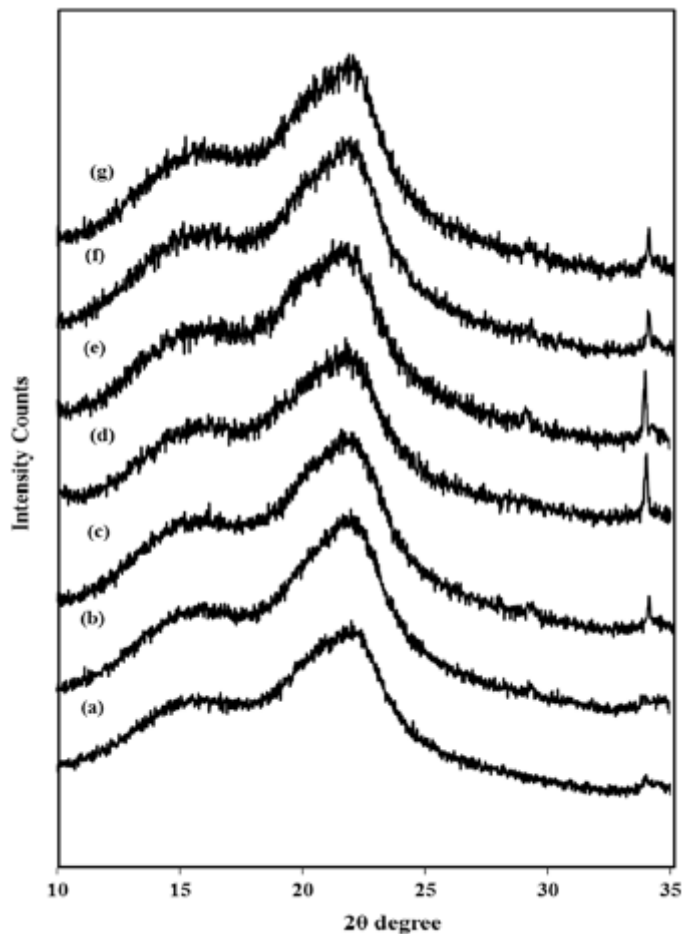


Figure IV-5. DRX de (a) fibres de végétales et; fibres végétalestraitées à (b) 8%, (c) 10%, (d) 12% de NaHCO_3 pendant 24 heures et fibres végétalestraitées à (e) 8%, (f) 10%, (g) 12% de NaHCO_3 pour 120 heures.

IV.4. L'analyse thermique des différentes fibres

IV.4.1.L'analyse thermogravimétrique (ATG) :

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique des fibres végétale utilisées de **V. Fiore et al** sont montrés dans la **Figure IV-6**. Les courbes ATG montrent un pic initial entre 40 et 115 C° (perte de poids d'environ 2%), ce qui correspond à la vaporisation de l'eau absorbée dans la fibre. Après ce pic, la courbe présente deux étapes de dégradation. En particulier, la dégradation thermique des fibres végétale commence à 230° C (Température de dégradation au début).

La première épaule de dégradationle pic (305° C) est attribué à dépolymérisation thermique des que les fibres de chanvre alcalinisées et alcalinisées-acétylées, le pic d'hémicellulose n'est pas observé, ce qui indique que le NaOH initiale prétraitement a éliminé l'hémicellulose de la fibre. En outre,

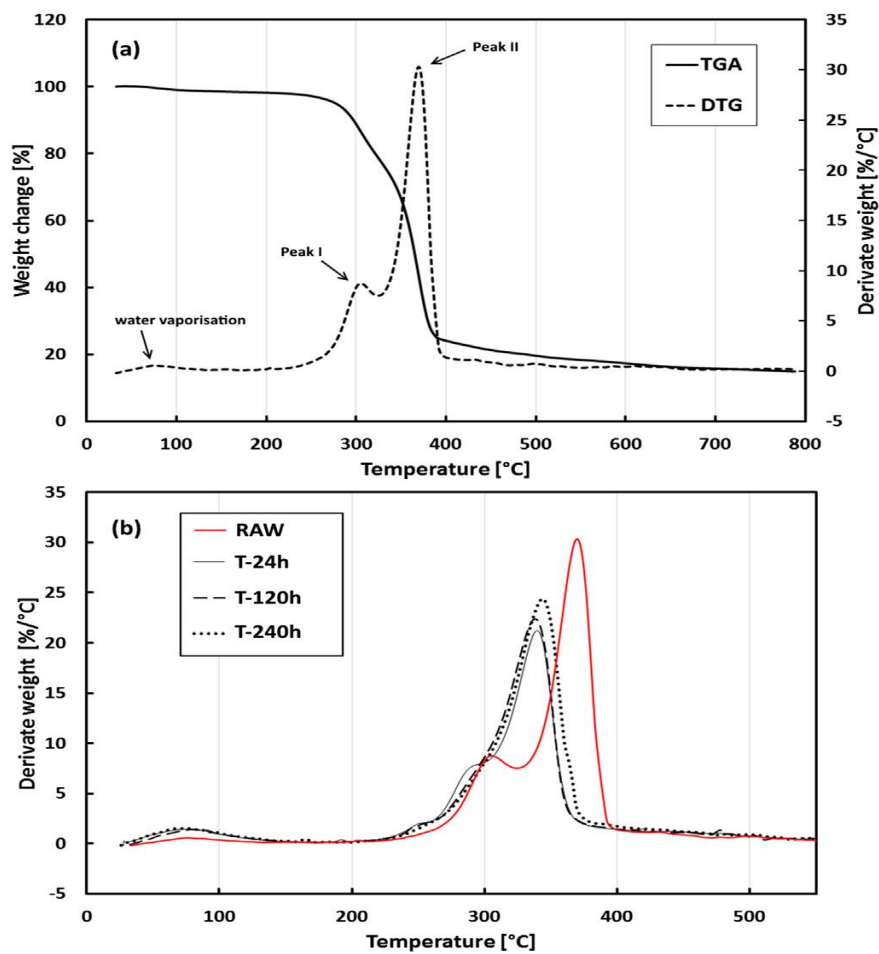


Figure IV-6(a) Courbes TG et ATG des fibres Végétales ; (b) Courbes ATG de toutes les fibres.

Barreto et al. [9] ont montré que l'épaule maximale due à la décomposition de l'hémicellulose disparaît en prétraitant les fibres de sisal avec des solutions alcalines de concentration supérieure à 5%. Ces résultats confirment que le traitement au NaHCO₃ conduit à l'élimination de l'hémicellulose des fibres de sisal. Aucune autre considération peut être faite concernant l'élimination partielle de la lignine depuis il n'y a pas de pic typique de la dégradation de la lignine dans l'ensemble plage de température étudiée.

Kabir et al il convient de noter que le premier pic de dégradation, clairement mis en évidence dans la courbe ATG des fibres végétale, est réduit en augmentant la durée du traitement chimique. Dans notamment, ce pic, dû principalement à la dépolymérisation thermique d'hémicelluloses, est toujours présente pour la fibre traitée pendant 24 h (environ 290 C), alors qu'il disparaît pour les fibres traitées plus longtemps (soit 120 et 240 h, respectivement). Ceci est conforme aux résultats obtenus pour des systèmes similaires. En particulier, [8]

J.C.d. Santos et al en Figure IV-7 montrent les courbes TG et différentielles (ATG) de non traitées et fibres traitées. Les profils de décomposition sont caractérisés par trois pics distincts. Le premier est attribué à l'eau d'évaporation et varie de la température ambiante jusqu'à 100 C. le deuxième pic (270–300 C), observé uniquement pour la fibre végétale

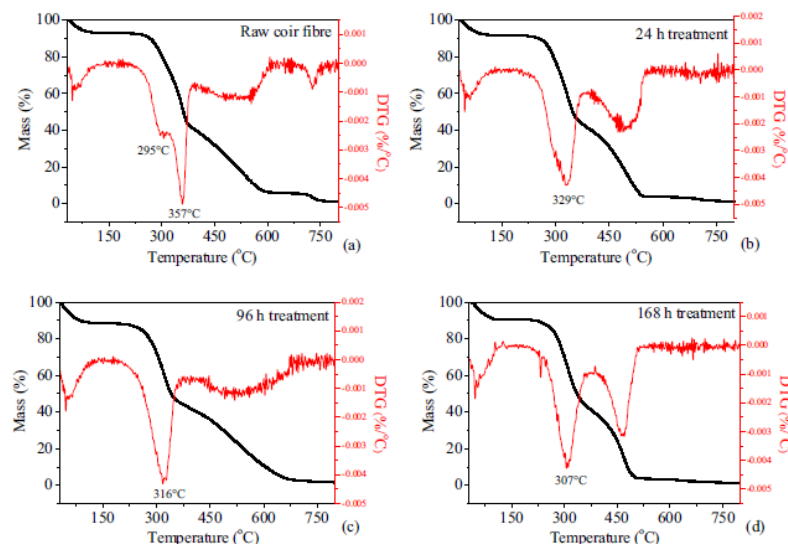


Figure IV-7. Courbes TGA et DTG pour : (a) la fibre végétales utiliser, (b) 24 h, (c) 96 h et (d) 168 h de traitement.

(Figure IV-7), est associée à la dégradation de l'hémicellulose et de la pectine et met en évidence l'élimination de ces composés après le produit chimique traitement [21]. Le troisième pic (300-380 C) correspond à la dégradation thermique de la cellulose, La lignine présente un large pic s'étendant de 225 à 600 C [22,23].

Effet du traitement sur la stabilité thermique des fibres a été étudié et la perte de poids des fibres a été enregistrée en fonction de la température (25–600 ° C). la perte de poids en fonction de la température est représentée sur la Figure IV-15 pour les fibres traitées et non traitées lorsque trois fibres distinctes des régions de perte de poids sont obtenues. Au premier (près de 100 ° C), c'est l'eau des fibres qui est retiré pendant la deuxième étape de perte de poids à la dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose et la troisième étape correspond à la dégradation de la lignine [41].

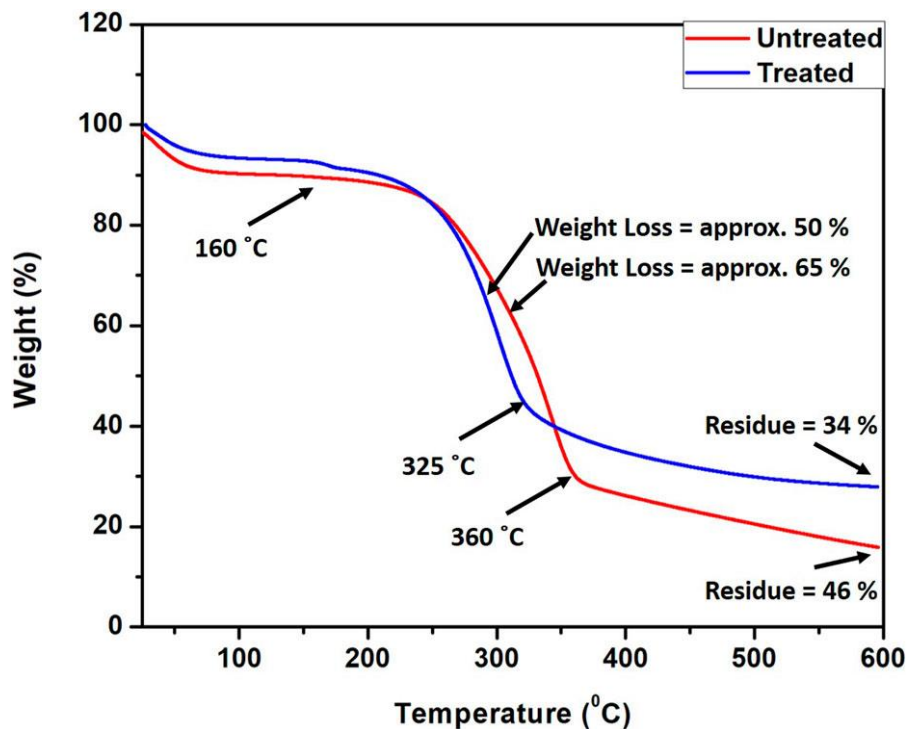


Figure IV-15. % de perte de poids en fonction de la température

Fibres de bambou traitées et non traitées évaluées par TGA.

L'eau étant le premier composé retiré des fibres lorsque la température commence à augmenter et la quantité maximale d'eau est retirée du fibres inférieures à 100 ° C. Zhang et al. [41] ont indiqué que les fibres de bambou sont de nature hydrophile peuvent absorber facilement mais quand ils reçoivent un traitement alcalin leur nature hydrophile diminue et donc la tendance d'absorber l'eau diminue également. La courante étude propose des observations similaires où le traitement au carbonate de sodium a provoqué une diminution du comportement hydrophile des fibres qui est évidente à partir de la moindre élimination d'eau observée pour les fibres dans les courbes TGA.

IV.5.L'analyse mécanique des différentes fibres :

IV.5.1.Essai de traction des fibres :

V. Fiore et al Comme l'ont rapporté de nombreux auteurs [10 11,12], les fibres de sisal présentent une fragilité du comportement en traction avec une baisse de charge correspondante à la rupture des fibres, comme les autres fibres lignocellulosiques **Figure IV-8**.

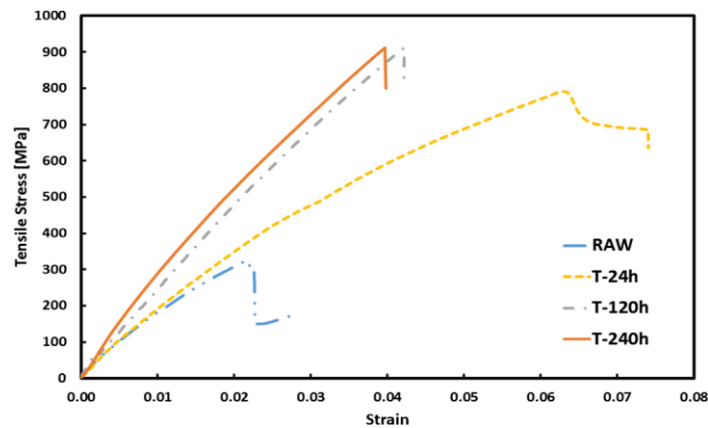


Figure IV-8. Courbe de contrainte-déformation en traction typique pour les fibres RAW, T-24 h, T-120 h et T-240 h.

La dispersion qui caractérise les données est due à la nature des fibres : conditions du sol, processus d'extraction et défauts profondément influencer les performances des fibres. Pour ces raisons, une statistique (c'est-à-dire la distribution de Weibull) est appliquée pour mieux

Évaluer le résultat des tests et analyser les données **Figure IV-9** montre la Distributions de Weibull pour (a) la résistance à la traction (b) et module de Young de fibres à T-240 h. On peut voir que ce modèle fournit un bon ajustement des données pour les deux propriétés mécaniques. dire la distribution de Weibull a été effectué pour chaque condition étudiée (c.-à-d. RAW, T-24 h et T-120 h). Dans ces cas également, la distribution Weibull fournit une approximation raisonnable des données expérimentales. Par souci de concision, les distributions de Weibull pour les propriétés mécaniques des fibres RAW, T-24 h et T-120 h ne sont pas représentées.

Après 120 h de traitement, le module d'Young continue d'augmenter (i.e. de 28,4 GPa à 31,5 GPa pour T-120 h et T-240 h, respectivement) tandis que la résistance à la traction des fibres traitées commence à diminuer (c.-à-d. de 930,9 MPa à 911,2 MPa, pour T-120 h et T-240 h, respectivement).

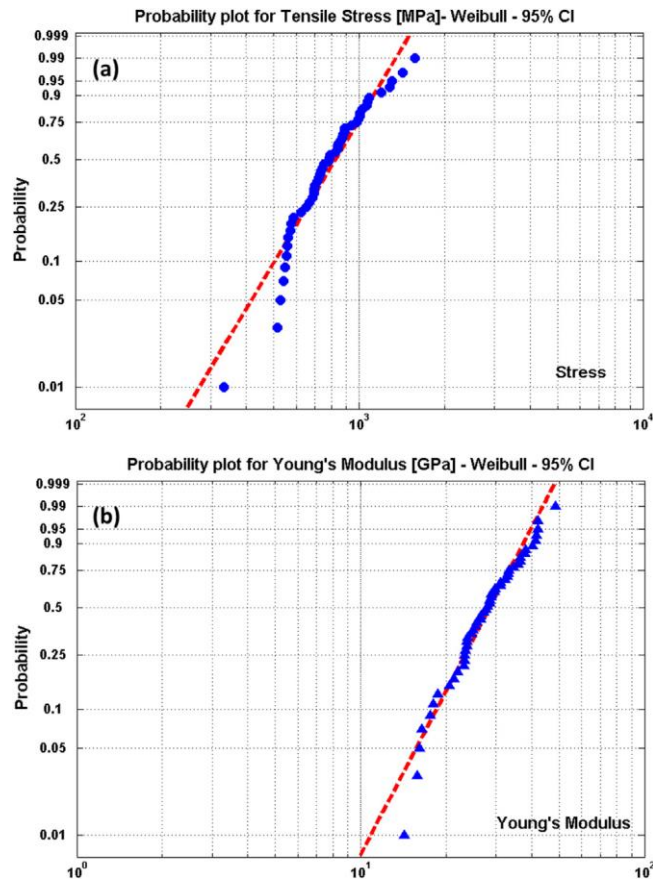


Figure IV-9. Distribution de Weibull pour (a) la contrainte de traction et (b) le module d'Young des fibres à T-240 h

J.C.d. Santos et al ont observé les données de résistance à la traction vont de 12,40 MPa à 18,77 MPa, tandis que module de traction varie de 2,32 GPa à 3,15 GPa, comme il est illustré dans la **Figure IV-10**, (a et b), respectivement. Il est à noter que les fibres de coco entraînent une augmentation du module de traction et une diminution de la traction par rapport aux propriétés du polymère pur. L'augmentation de rigidité est attribuée à la rigidité plus élevée des fibres de coco par rapport à la matrice polymère dans des conditions vierges, en particulier sur traitement alcalin.

De plus, la rigidité est plus élevée pour composites à base de polyester, car le polyester présente un module d'élasticité plus élevé par rapport à l'époxy dans des conditions vierges (**Tableau IV-2**). D'autre part, la diminution de la résistance des composites est associée avec une mauvaise adhérence interraciale fibre-matrice [24].

Dans ce cas, les résultats sont étroitement liés aux performances mécaniques des matrices de polymères purs, car la phase de la matrice domine les propriétés mécaniques des composites de fibres de coco à court. Outre cela, la courte longueur et l'orientation aléatoire de ces fibres gênent la charge de distribution dans l'ensemble de l'échantillon. Seules les fibres orientées le long de la direction du renforcement de l'offre de charge appliquée; ceux transversalement alignés agissent comme des zones de concentration de stress et réduisent la résistance à la traction du matériau composite [21].

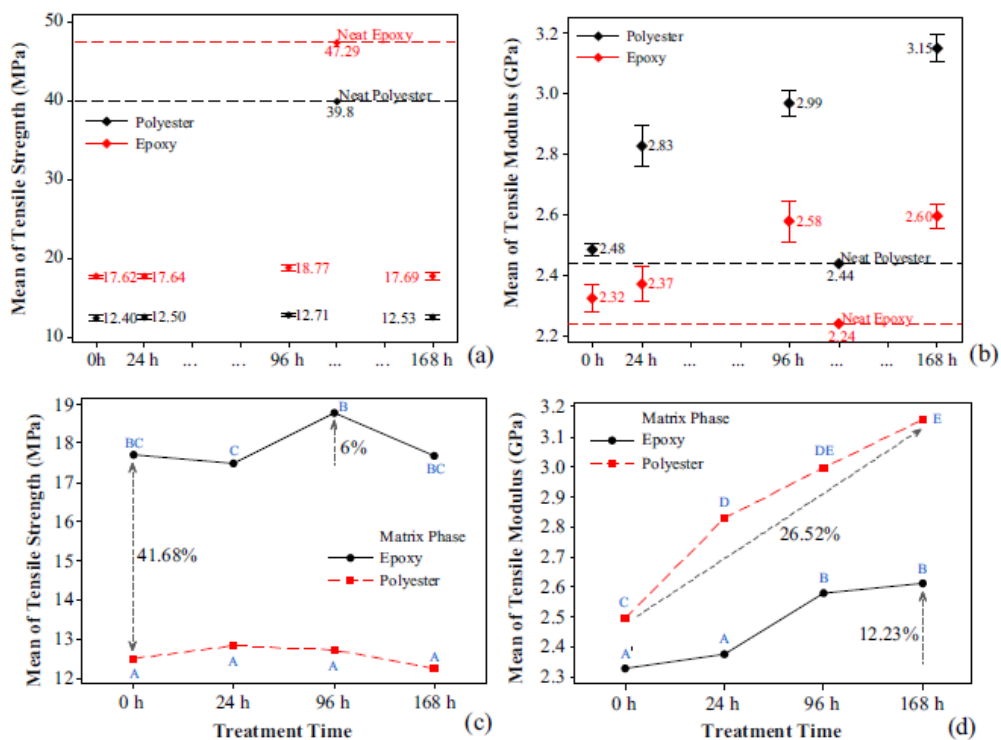


Figure IV-10. Propriétés de traction des composites en fibre végétales: (a) résistance et (b) module. Graphique d'effet d'interaction du second ordre pour la résistance moyenne à la traction (c) et le module (d).

Figure IV-10 c et d, montre l'effet d'interaction de second ordre tracés pour les propriétés de traction. Les lettres en bleu représentent le test de comparaison, dans lequel des lettres similaires appartiennent au même regroupement, c'est-à-dire des moyens équivalents.

Tableau IV-3 Propriétés mécaniques des matrices :

Propriété (Unité)		Type de matrice	
		Polyester	époxy
Traction	Force (MPa)	47.3 (±2.0)	39.8 (±3.0)
	Module (GPa)	2.24 (±0.11)	2.44 (±0.14)
Flexion	Force (MPa)	69.3 (±3.9)	55.8 (±2.9)
	Module (GPa)	2.14 (±0.04)	2.19 (±0.08)
choc	Résistance (kJ / m²)	8.7 (±1.4)	5.81 (±0.31)

Considérant un intervalle de confiance à 95%. Composite à base d'époxy les matériaux présentent une résistance à la traction plus élevée (41,68%), comme la **Figure IV-10c**. En revanche, les composites de polyester atteignent une résistance plus élevée modules **Figure IV-10c**. Ces résultats corroborent la discussion basée sur la caractérisation de la matrice vierge (**Tableau IV-2**) présentés dans le paragraphe précédent. Il convient de noter que le polymère époxydes conditions vierges présente une résistance à la traction de 19% supérieure à sa homologue en polyester, comme indiqué dans le **Tableau IV-2**. En revanche la résistance à la traction des composites à base d'époxy est environ 42% plus élevée que pour les composites polyesters. Ces valeurs de résistance plus élevées indiquent que les fibres de coco ont une meilleure compatibilité avec les composites à matrice époxy,

Pour **Bakri et al**, la résistance à la traction et la déformation des fibres de coco brutes et de traitement au bicarbonate de sodium sont illustrées à la figure 2 et à la figure 3. La solution de bicarbonate de sodium se compose de trois densités ou compositions: 8% en poids, 10% en poids et 12% en poids avec des différences de temps de trempage de 24 heures et 120 heures.

La résistance à la traction de la fibre de coco est 142,39 MPa, ce qui est inférieur à celui de 10% en poids pendant 24 heures et de 12% en poids pour 120 heures de traitement. Cette résistance est inférieure à celle rapportée [35].

La résistance à la traction la plus élevée de toutes est la fibre de coco traitée à 12% en poids pendant 120 heures de trempage du bicarbonate de sodium atteignant 167,85 MPa. Elle a augmenté d'environ 17% par rapport à la résistance à la traction de la fibre brute. Un tel traitement des fibres de coco a moins de micropores ou d'endommagement de la surface après le traitement, l'élimination des substances à la surface du coco après un traitement alcalin contribue à modifier la résistance à la traction de la fibre de coco [36]. Pendant ce temps, les déformations ou allongements des fibres brutes et traitées n'ont pas changé de manière significative après le traitement pendant 24 et 120 heures. La souche de fibre de coco a augmenté entre 20% et 30%.

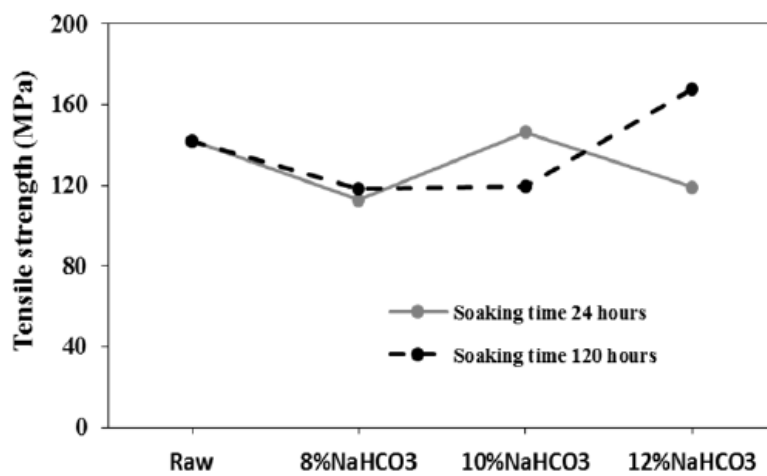


Figure IV-11. Résistance à la traction des fibres végétales et NaHCO3.

La Figure IV-16 montre la résistance à la traction (a) et le module de traction b) des échantillons composites ayant traité et non traitées avec divers% en poids (0%, 10%, 20% et30%).

La résistance du composite a augmenté avec l'augmentation de la teneur en fibres jusqu'à 20% en poids. Mais quand la teneur en fibres est augmentée à 30% en poids, la force et les valeurs du module ont diminué, ce qui est en fait parce qu'il devient légèrement difficile d'obtenir la dispersion uniforme dans la matrice polyester.

Et en raison de l'inefficacité de la matrice pour couvrir toutes les fibres présentes, les défauts liés à une mauvaise dispersion sont présentés. Ces défauts sont la raison pour une diminution de la résistance à la traction.

Manalo et al. [42] ont également signalé une tendance similaire de résultats, d'une augmentation de la résistance et du module lorsque, les fibres de bambou ont été traitées avec un alcali comme NaOH.

Reddy et al. [43] ont décrit la raison de l'augmentation de la force et du module comme facteur d'interaction entre fibres et matrice. Comme pour les perturbations du traitement alcalin des liaisons entre la cellulose et l'hémicelluloses, de nouvelles liaisons hydrogène qui se forment, ce qui conduit au tassement dense de fibres qui augmente en retour la force.

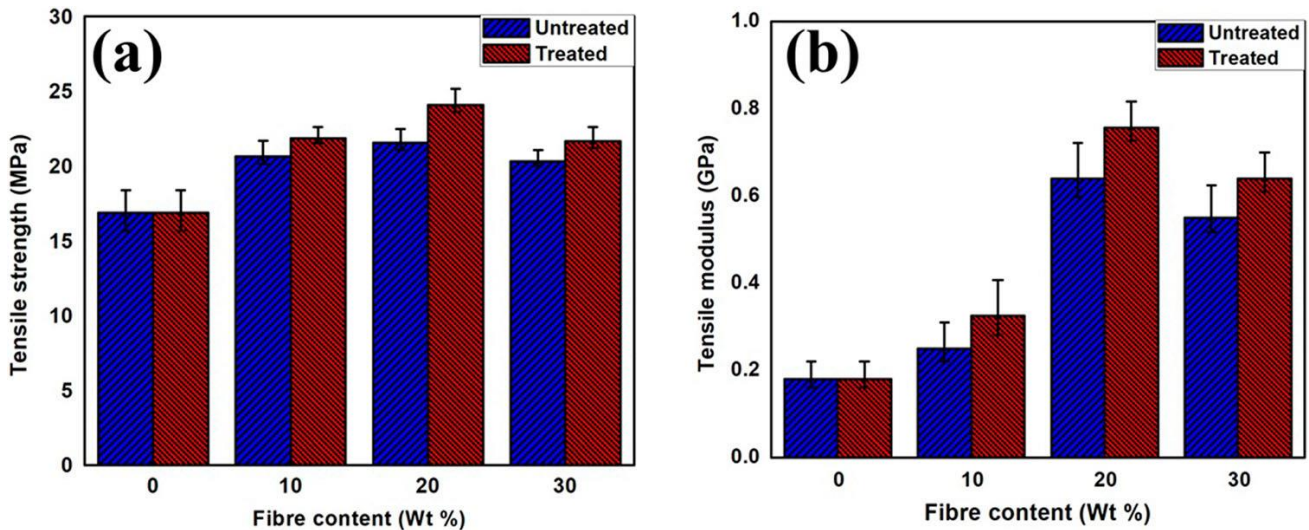


Figure IV-16. Propriétés mécaniques des composites de fibres non traitées et de fibres traitées avec 5% de Na_2CO_3 pendant 6 h : (a) Résistance à la traction ; (b) Module de traction.

IV.5.2. Test de flexion sur les composites :

Pour V. Fiore et al les propriétés de flexion de la résine pure, du sisal brut et traité du composite époxy renforcé de fibres sont illustrés à la Figure IV-13

En considérant la Figure IV-13, il est possible de remarquer que l'ajout de fibre naturelle à la résine époxy entraîne une augmentation du module de flexion et une réduction de la résistance à la flexion par rapport à la résine pure. Les améliorations des valeurs de rigidité sont dues à l'ajout de fibres rigides dans la résine époxy comme ils sont rapportés dans la littérature [15]. Puisque le module est mesuré à de petites déformations, sa dépendance sur l'adhérence interfaciale est faible. D'un autre côté, faible adhérence entre fibres lignocellulosiques non traitées et thermodurcissables les résines affectent négativement la résistance à la flexion. C'est bien connu que la surface hydrophile des fibres naturelles (principalement due à la présence de cellulose amorphe et d'hémicelluloses)

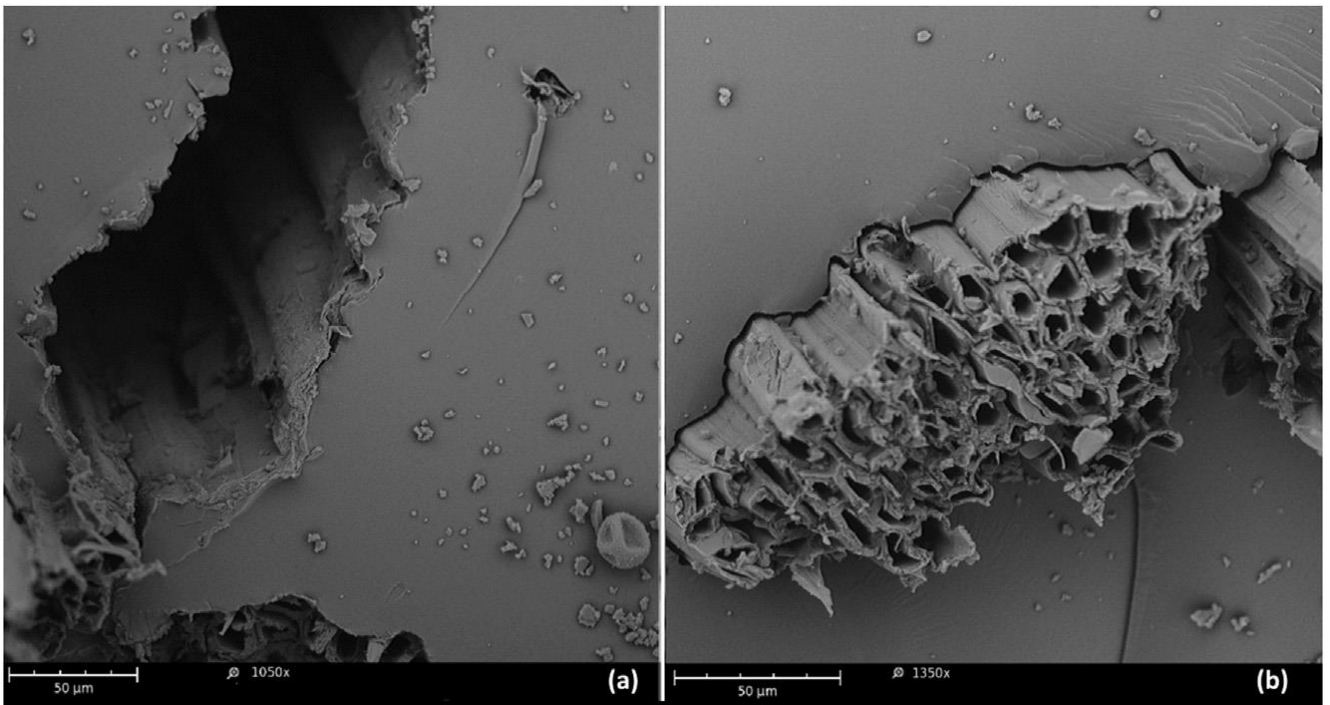


Figure IV-12. Micrographie des composites fibres / époxy: (a) preuve du mécanisme d'extraction des fibres, (b) interface fibre / matrice

Montre une mauvaise compatibilité avec les matrices polymères hydrophobes comme les résines époxy. Il en résulte des interfaces faibles qui conduisent à des tensions internes, porosité, dégradation de l'environnement, absorption d'humidité et mauvaises résistances mécaniques des composites. Ces affirmations sont confirmées par l'observation de la surface de fracture de l'époxy renforcé de fibre de sisal brut (**Figure IV-12**). La micrographie montre sur la **Figure IV-12a** que le mécanisme de retrait a pris place pendant le test. De plus, sur la **Figure IV-12b**, la micrographie de la fibre intégrée est illustrée. La morphologie montre clairement une faiblesse adhérence, en raison de la faible compatibilité fibre-matrice ainsi conduit à de mauvaises propriétés de résistance des composites époxy renforcés avec des fibres de sisal non traitées.

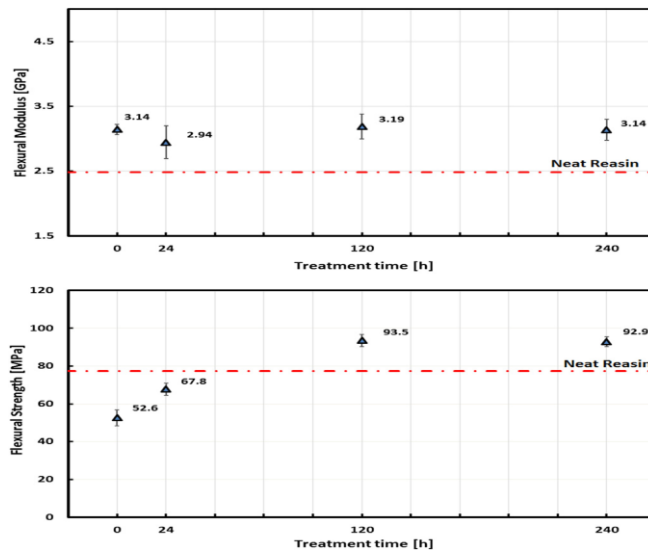


Figure IV-13. Propriétés de flexion des composites fibre de sisal-époxy.

Pour **J.C.d. Santos et al** les données de résistance à la flexion vont de 24,73 MPa à 40,44 MPa, tandis que les modules de flexion vont de 2,27 GPa à 2,78 GPa,. Renforcé de fibre de coco les composites atteignent un module de flexion plus élevé et une flexion plus faible résistance par rapport aux polymères purs.

Le même effet est également identifié pour les propriétés de traction, étant attribué aux caractéristiques intrinsèques des fibres de coco et une faible adhérence avec de la matrice. Les composites époxy présentent une résistance plus élevée (45,33%) et rigidité inférieure (5,14%) par rapport au composite polyester.

Ces résultats sont conformes à la caractérisation matricielle (**Tableau IV-2**), ce qui implique que la phase matricielle joue un rôle important rôle dans les propriétés mécaniques des composites. En outre, ces résultats corroborent le fait que le polymère époxy offre une meilleure compatibilité avec les fibres de coco [25]. La durée du traitement n'affecte pas la résistance à la flexion du composites, le module de flexion le plus élevé est atteint pour composites à base de polyester avec fibres de coco traitées à 96 h ou 168 h. Ce comportement, également signalé pour les essais de traction,

IV.5.3. Essai de choc

J.C.d. Santos et al la (**Figure IV-14**) présente une résistance aux chocs des composites qui varient de 6,04 kJ / m² à 18,03 kJ / m². Bien que le polymère de polyester a atteint une faible absorption d'énergie. Comme le montre le **tableauIV-2**et **Figure IV-14a**, un comportement opposé est obtenu pour les fibres de coco avec une augmentation d'environ 194% par rapport à la résine polyester pure (**Figure**

IV-14a). Une variation de 198% est identifiée entre les composites époxy et polyester (Figure IV-14b). La résistance aux chocs est largement affectée par le niveau de liaison. Une fraction importante de l'énergie absorbée pendant l'impact se produit par le biais du mécanisme d'extraction des fibres, et des interfaces très fortes ont un effet néfaste sur l'impact propriétés, car le retrait des fibres est considérablement réduit [26]. Donc, la haute résistance aux chocs obtenue par le composite polyester peut être attribuée à la mauvaise compatibilité de la matrice fibre-polyester, entraînant un arrachement des fibres,

V. Fiore et al ont trouvés que l'adhésion interfaciale de la fibre avec la matrice est déterminée en mesurant la contrainte de cisaillement générée dans zone interfaciale entre la matrice et fibre de sisal Figure IV-15.

Pour les fibres végétales, il a été constaté que le cisaillement interfacial dans la zone de collage est relativement plus faible que dans d'autres conditions. Cela pourrait être dû à la couche cireuse extérieure entourant la fibre, ce qui réduit l'interaction entre les aspérités de la surface des fibres et la résine époxy. Lorsque la charge est appliquée, la couche externe adhère à la résine époxy, conduisant ainsi au détachement entre la fibre interne et la couche externe. Comme résultat, le processus de retrait se produit pendant les tests de retrait des fibres brutes.

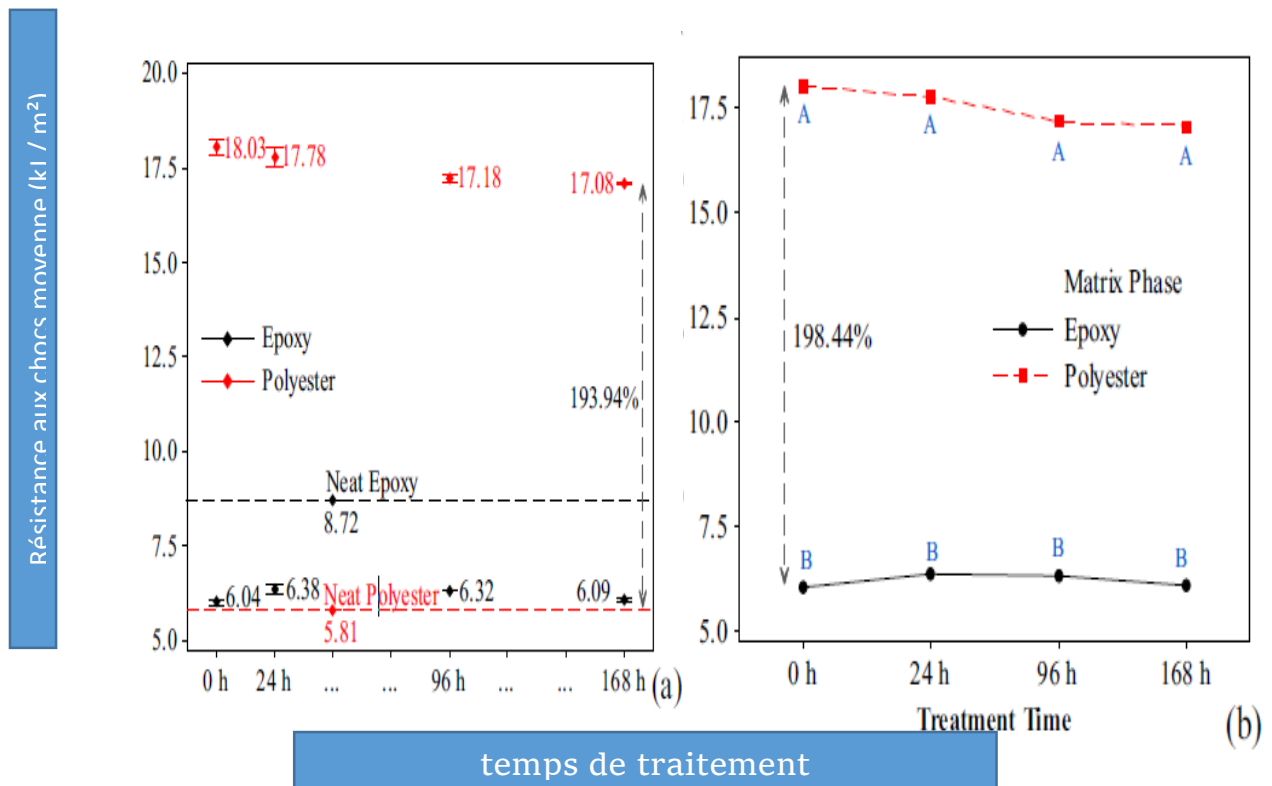


Figure IV-14(a) Valeurs de résistance aux chocs pour les composites en fibre de coco et les matrices nettes. (b) Diagramme des effets d'interaction du deuxième ordre pour la résistance aux chocs.

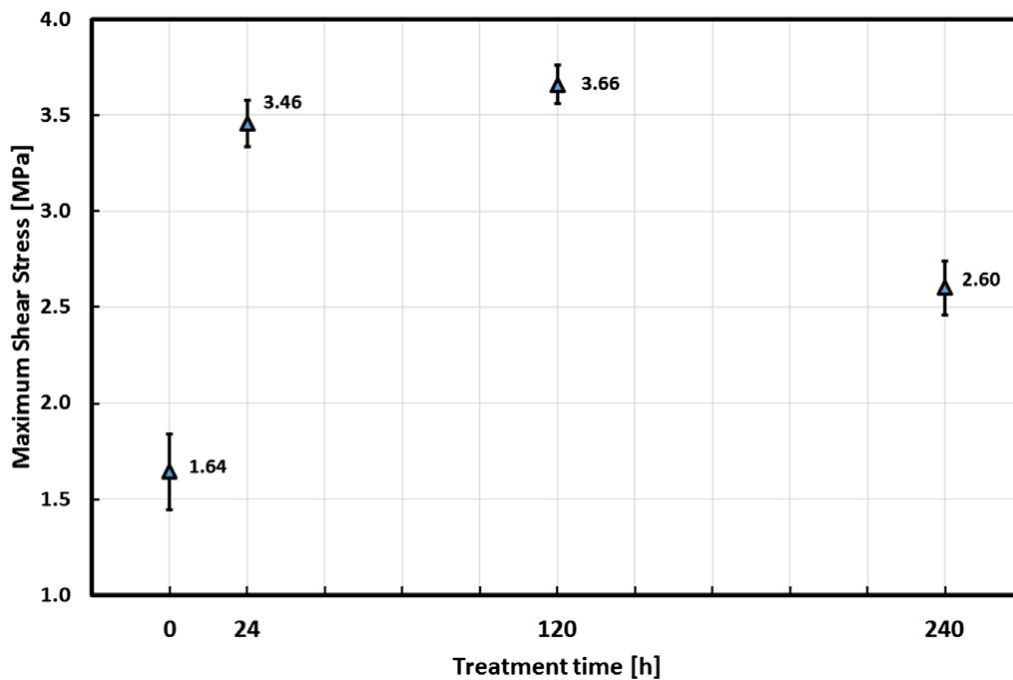


Figure IV-15. Valeurs de résistance au cisaillement interfacial pour la résine époxyde de fibre de sisal.

IV.6.Effet du traitement au Na_2CO_3 sur l'absorption d'eau

Les caractéristiques d'absorption d'eau des composites (fibre courte en bambou/ polyester) sont importants car l'eau absorbée affecte les caractéristiques dimensionnelles et caractéristiques mécaniques du composite. **Figure IV-17** représente le pourcentage d'absorption d'eau pour l'échantillon composites contenant 20% en poids de fibres courtes en bambou non traitées.

On a vu qu'au départ les composites, aussi bien en cas de fibres non traitées, absorbent l'eau très rapidement mais comme le point de saturation a atteint le niveau d'absorption et le pourcentage d'eau absorbé par le composite de fibres non traitées était presque égal à 2% ce qui est également conforme aux recherches [44].

Cependant, il est évident que le composite de fibres traitées a montré moins d'absorption d'eau par rapport au composite de fibres non traitées. Par conséquent une forte liaison interfaciale présentée entre le bambou et polyester grâce au traitement au Na_2CO_3 .

C'est conformément aux conclusions tirées par **Kushwaha et al.** [45], plus le changement d'orientation, la cellulose est également responsable de la diminution de l'absorption d'eau cette dernière présentée dans les fibres naturelles de bambou a un caractère hydrophile variable dans différents plans.

Lorsque la fibre de bambou est exposée au bicarbonate de sodium, un changement d'orientation cellulosique se produit entraînant une modification de la nature hydrophile de la fibre. Cette diminution de la nature hydrophile n'est pas seulement responsable pour moins d'absorption d'eau mais aide également à la formation de forte liaison interfaciale avec du polyester hydrophobe. Un type de comportement similaire a été observé par [Dos Santos et al.](#) [46] lorsque les fibres de coco ont été traitées avec du bicarbonate de sodium.

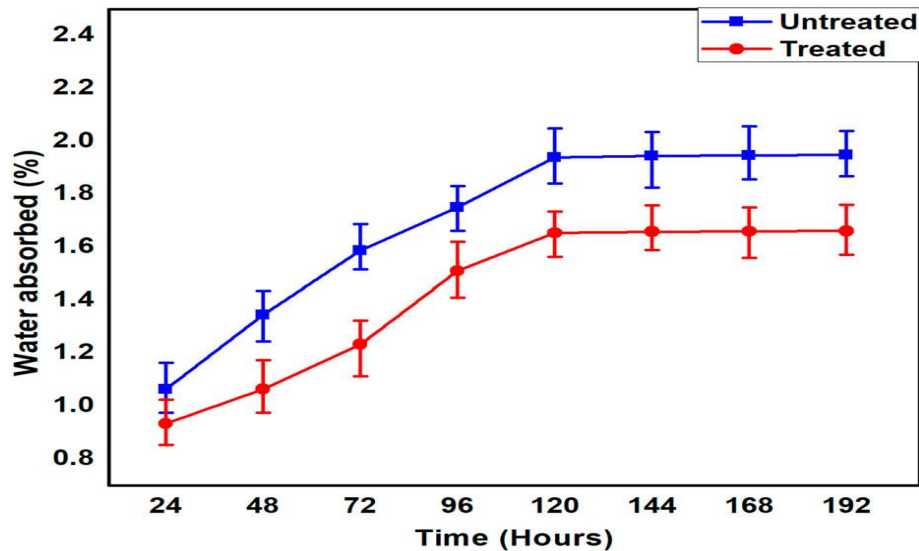


Figure IV-17. % d'absorption d'eau des composites avec des fibres non traitées (20% en poids de fibres) en fonction du temps d'immersion.

IV.6.Conclusion :

Les conclusions sont décrites comme suit :

01- L'analyse XRD révèle que le traitement au NaHCO_3 n'est pas en mesure pour promouvoir le changement structurel de la cellulose-I en cellulose- II, ni une augmentation significative de la rugosité des fibres, Observé par des images SEM. Cependant, les preuves des courbes TGA la dégradation de l'hémicellulose et de la pectine de la fibre surface.

02- Une légère augmentation de la densité des fibres végétales et une diminution de leur stabilité thermique qui est notée en fonction du temps du traitement

03- Le temps de traitement n'affecte pas la résistance à la traction des fibres ; cependant, le module d'élasticité est sensiblement augmenté.

04- les composites renforcés de fibres végétales améliorent la rigidité et une résistance réduite par rapport au polymère conditions vierges. Cette augmentation de la rigidité est liée à la rigidité plus élevée des fibres de coco par rapport au polymère matrice dans des conditions vierges, spécialement lors d'un traitement alcalin. De plus, la rigidité est plus élevée pour les fibres à base de polyester **composites, car le polyester présente une élasticité plus élevée par rapport à l'époxy dans des conditions vierges.** D'autre part, la réduction de la résistance des composites est associée à une mauvaise interaction fibre-matrice. Dans ce cas, les résultats sont étroitement liés aux performances mécaniques des matrices de polymère pur, car la phase de matrice domine les propriétés mécaniques des composites à fibres de fibre de coco courtes quand une mauvaise liaison interfaciale fibre / matrice est présente.

05- Changements sur les propriétés mécaniques et la composition chimique des fibres se produit lorsque les fibres extraites sont traitées avec une Solution à 10% en poids de bicarbonate de sodium pour différents traitements et différentes températures. Il a été observé que les fibres traitées présentent des améliorations notables des propriétés mécaniques par rapport aux fibres non traitées.

Les fibres végétales montrent des améliorations allant jusqu'à environ 138,5% et 63,2% résistance à la traction et module, respectivement. Après 120 h de traitement, la résistance à la traction et le module ont montré des variations de +9% et +115,0%. Ceci est strictement dû à l'élimination de l'hémicellulose et de l'élimination de la lignine, comme le montrent les IRTF, thermogravimétriques et analyse morphologique, ce qui conduit à la libération des contraintes dans les régions interfibrillaires. Ainsi, les fibrilles de cellulose se réorganisent dans une structure plus compacte, conduisant à un tassement plus serré des chaînes de fibrilles de cellulose.

Références bibliographiques

- [1] Yang H, Yan R, Chen H, Lee DH, Zheng C. Caractéristiques de l'hémicellulose, pyrolyse de la cellulose et de la lignine. *Carburant* 2007; 86: 1781-8.
- [2] Paiva MC, Ammar I, Campos AR, Cheikh RB, Cunha AM. Fibres d'Alfa: mécaniques, caractérisation morphologique et interfaciale. *Compos Sci Technol* 2007; 67: 1132-8.
- [3] Alawar A, Hamed AM, Al-Kaabi K. Caractérisation du palmier dattier traité fibre comme renfort composite. *Composer la partie B* 2009; 40: 601-6.
- [4] Olsson AM, Salmen L. L'association de l'eau à la cellulose et à l'hémicellulose dans un article examiné par spectroscopie FTIR. *Carbohydr Res* 2004; 339:813-8.
- [5] Le Troedec M, Sedan D, Peyratout C, Bonnet J, Smith A, Guinebretiere R, et al. Influence de divers traitements chimiques sur la composition et la structure des fibres de chanvre. *Compos Part A* 2008; 39: 514-22.
- [6] Liu W, Mohanty K, Drzal LT, Askel P, Misra M. Effets du traitement alcalin sur la structure, morphologie des fibres de graminées natives comme renforts pour polymère composites matriciels. *J Mater Sci* 2004; 39: 1051-4.
- [7] Mwaikambo LY, député d'Ansell. Modification chimique du chanvre, du sisal, du jute et fibres de kapok par alcalinisation. *J Appl Polym Sci* 2002; 84: 2222-34.
- [8] Kabir MM, Wang H, Lau KT, Cardona F. Effets des traitements chimiques sur structure en fibre de chanvre. *Appl Surf Sci* 2013; 276: 13-23.
- [9] Barreto ACH, Rosa DS, Fachine PBA, Mazzetto SE. Propriétés des fibres de sisal traités par une solution alcaline et leur application dans des biocomposites à base de cardanol. *Composer la partie A* 2011; 42: 492-500.
- [10] De Rosa IM, Kenny JM, Puglia D, Santulli C, Sarasini F. Morphological, thermal and caractérisation mécanique des fibres de gombo (*Abelmoschus esculentus*) comme potentiel renforcement dans les polymercomposites. *Compos Sci Technol* 2010; 70: 116-22.
- [11] Fiore V, Valenza A, Di Bella G. Fibres d'artichaut (*Cynara cardunculus* L.) comme renforcement potentiel des structures composites. *Compos Sci Technol* 2011; 71: 1138-44.
- [12] Fiore V, Scalici T, Valenza A. Caractérisation d'une nouvelle fibre naturelle issue de *Arundo donax* L. comme renforcement potentiel des composites polymères. *Carbohy Polym* 2014; 106: 77-83.

Références bibliographiques


- [13] Mukherjee A, Ganguly PK, Sur D. Mécanique structurale du jute: les effets de élimination de l'hémicellulose et de la lignine. *J Text Inst* 1993; 84: 348-53.
- [14] Obi Reddy K, Uma Maheswari C, Shukla Mukul, Song JI, Varada Rajulu A. Caractérisation en traction et en structure des fibres fines de fruits de borasse traités aux alcalis. *Compos Sci Technol* 2013; 44: 433-8.
- [15] Renner K, Moczó J, Pukánszky B. Déformation et défaillance des composites PP renforcé par des fibres lignocellulosiques: effet de la force inhérente des particules. *Compos Sci Technol* 2009; 69: 1653-9.
- [16] Alsaeed T, Yousif BF, Ku H. Le potentiel d'utilisation des fibres de palmier dattier comme renforcement pour les composites polymères. *Mater Des* 2013; 43: 177-84.
- [17] A. Alawar, A.M. Hamed, K. Al-Kaabi, Caractérisation du palmier dattier traité fibre comme renfort composite, *Compos. Partie B Eng.* 40 (2009) 601–606,
- [18] S. Chaitanya, I. Singh, Composites verts renforcés de fibres de sisal: effet de traitement écologique des fibres, *Polym. Compos.* (2017),
- [19] M. Cai, H. Takagi, A.N. Nakagaito, K. Kusaka, M. Katoh, Y. Li, Influence des alcalins traitement sur la microstructure interne et les propriétés de traction des fibres d'abaca, *Adv. Mater. Res.* 1110 (2015) 302-305,
- [20] A.E.O.B. Sghaier, Y. Chaabouni, S. Msahli, F. Sakli, Morphologique et cristallin caractérisation des fibres *Agave americana* L. traitées au NaOH et au NaOCl, *Ind. Cultures Prod.* 36 (2012) 257-266,
- [21] J.C. Santos, R.L. Siqueira, L.M.G. Vieira, R.T.S. Freire, V. Mano, T.H. Panzera, Effets du carbonate de sodium sur les performances des fibres de polyester et de fibre de coco renforcées composites, *Polym. Tester.* 67 (2018) 533-544,
- [22] A.R. Marques, P. Santiago de Oliveira Patrício, F. Soares dos Santos, M.L. Monteiro, D. de Carvalho Urashima, C. de Souza Rodrigues, Effets de la conditions climatiques du sud-est du Brésil sur la dégradation des fibres de coirgeotextile: évaluation des propriétés mécaniques et structurales, *Geotext. Géomembranes.* 42 (2014) 76–82,
- [23] M.F. Rosa, B. sen Chiou, E.S. Medeiros, D.F. Wood, T.G. Williams, L.H.C. Mattoso, W.J. Orts, S.H. Imam, Effet des traitements des fibres sur la traction et les thermiques propriétés des copolymères d'amidon / éthylène-alcool vinylique / coco, *Bioresour. Technol.* 100 (2009) 5196-5202,

Références bibliographiques

- [24] H.Y. Nezhad, V.K. Thakur, effet des changements morphologiques dus à l'augmentation teneur en nanoparticules de carbone sur la réponse mécanique quasi-statique de résine époxy, *Polymères* (Bâle). 10 (2018) 1106,
- [25] S. Ebnesajjad, *Théories de l'adhésion, traitement de surface des matériaux pour Traitement de surface par collage adhésif de matériaux pour collage par adhésif*, 2 -Ed., Elsevier Inc, 2014. doi: 10.1016 / C2013-0-12914-5.
- [26] A.C. Albuquerque, K. Joseph, L.H. Carvalho, J.R.M. D'Almeida, Effet de conditions de mouillabilité et de vieillissement sur les propriétés physiques et mécaniques des composites de polyester renforcés de mèches de jute à orientation uniaxiale, *Compos.*
- [27] Samal RK, Panda BB, Rout SK, Mohanty M. Effet de la modification chimique sur les spectres FTIR. I. Comportement physique et chimique du coco. *Journal of Applied Polymer Science*. 1995; 58 (4): 745–752.
- [28] Mir SS, Hasan SMN, Hossain MJ, Hasan M. Effet de modification chimique sur les propriétés mécaniques de la fibre de coco. *Journal d'ingénierie*. 2012; 16 (2): 73–83.
- [29] Haameem J, Abdul Majid MS, Afendi M, Haslan M, Fahmi I. Traitement alcalin et propriétés thermiques des fibres d'herbe Napier. *Journal international de génie automobile et mécanique*. 2016; 13 (1): 3238-3247.
- [30] Reddy KO, Maheswari CU, Shukla M, Song JI, Rajulu AV. Caractérisation en traction et structure de fibres fines de fruits *Borassus* traitées aux alcalis. *Composite Part B: Engineering*. 2013; 44 (1): 433-438.
- [31] Mwaikambo LY, député d'Ansell. Propriétés mécaniques des fibres végétales traitées aux alcalis et leur potentiel en tant que matériaux de renforcement II. Fibres de sisal. *Journal of Materials Science*. 2006; 41 (8): 2497-2508.
- [32] Satyanarayana KG, Guimarães JL, Wypych F. Études sur les fibres lignocellulosiques du Brésil. Partie I: Source, production, morphologie, propriétés et applications. *Composites Partie A: Sciences appliquées et fabrication*. 2007; 38 (7): 1694-1709.
- [33] Tomczak F, Sydenstricker THD, Satyanarayana KG. Études sur les fibres lignocellulosiques du Brésil. Deuxième PARTIE. Morphologie et propriétés des fibres de noix de coco brésiliennes. *Composites Partie A: Sciences appliquées et fabrication*. 2007; 38: 1710-1721.
- [34] Arsyad M, Wardana ING, Pratikto, Irawan YS. La morphologie de la surface de la fibre de coco sous traitement chimique. *Revista Matéria*. 2015; 20 (1): 169 - 177.

Références bibliographiques

- [35] Bakri B, Eichhorn SJ. Bobines élastiques: micromécanique de déformation des fibres de coco et de céleri. *Cellulose*. 2010; 17: 1–11.
- [36] Prasad SV, Pavithran C, Rohatgi PK. Traitement alcalin des fibres de coco pour les composites coco-polyester. *Journal of Materials Science*. 1983; 18 (5): 1443–1454.
- [37] Shih YF. Propriétés mécaniques et thermiques des déchets composites époxy renforcés de fibre de cosse de bambou d'eau. *Mater Sci Eng A*. 2007; 445–446: 289–295.
- [38] Kabir MM, Wang H, Lau KT et al. Effets des produits chimiques traitements sur la structure des fibres de chanvre. *Appl Surf Sci*. 2013; 276: 13-23.
- [39] Chen H, Yu Y, Zhong T et al. Effet du traitement alcalin sur la microstructure et les propriétés mécaniques de fibres de bambou individuelles. *Cellulose*. 2017; 24: 333– 347.
- [40] Baek BS, Park JW, Lee BH et al. Développement et application de composites verts: utilisation du café moulu et la farine de bambou. *J Polym Environ*. 2013; 21: 702–709.
- [41] Zhang X, Wang F, Keer LM. Influence de la surface modification de la microstructure et thermo-mécanique propriétés des fibres de bambou. *Matériaux (Bâle)*. 2015; 8: 6597–6608.
- [42] Manalo AC, Wani E, Zukarnain NA, et al. Les effets de traitement alcalin et température élevée sur le propriétés mécaniques des composites fibre de bambou-polyester. *Compos Part B Eng*. 2015; 80: 73-83.
- [43] Reddy O, Uma Maheswari K, Shukla C, et al. Traction et caractérisation structurale des alcalis traités Fibres fines de fruits de Borassus. *Compos Part B Eng*. 2013; 44: 433-438.
- [44] Judawisastra H, Sitohang RDR, Rosadi MS. Eau l'absorption et la dégradation de la résistance à la traction Bambou Petung (*Dendrocalamus asper*) renforcé de fibres composites polymères. *Mater Res Express*. 2017; 4 (094003): 1–7.
- [45] Kushwaha PK, Kumar R. Études sur l'absorption d'eau des composites bambou-polyester: effet du traitement au silane de bambou mercerisé. *Polym - Plast Technol Eng*. 2010; 49: 45-52.
- [46] dos Santos JC, Siqueira RL, Vieira LMG, et al. Les effets de carbonate de sodium sur les performances de l'époxy et composites renforcés de fibre de coco de polyester. *Test Polym*. 2018; 67: 533–544.

The image features a decorative graphic consisting of three blue circles of varying sizes, each composed of concentric circles in different shades of blue. Two thin, light blue lines originate from the top left and extend towards the top-right and middle-right circles. A large, partially visible blue circle is located in the bottom right corner. The text 'Conclusion général' is centered in a green, italicized font with a reflection effect below it.

Conclusion
général

Conclusion général

L'objectif qui avait été fixé à l'origine de ce travail était d'étudier la possibilité de traitement écologique à base du bicarbonate de sodium sur les propriétés des fibres végétales et recherche de solutions pour remédier au manque de compatibilité entre les renforts naturels et les matrices polymères. Cette étude regroupe un certain nombre d'aspects sur la préparation de matériaux à base de ressources renouvelables : composites biodégradables (fibres et matrices).

Ces derniers nécessitent dans la plupart des cas une étape de comptabilisation par traitement physique des constituants. Les voies choisies pour ce projet, ont permis de voir l'influence et l'apport de ces modifications sur les propriétés mécaniques, thermiques et microstructurales des matériaux.

Dans la partie de l'étude d'analyse review, l'impact du traitement écologique à base du bicarbonate de sodium sur les propriétés physicochimiques des différentes fibres végétale a été étudié. Des techniques d'analyse de surface (MEB) ont été utilisées. Elles ont permis de mettre en évidence différents effets du traitement au bicarbonate de sodium

Ce travail évalue une nouvelle méthode de traitement de surface écologique pour les fibres de végétale à base de bicarbonate de sodium (NaHCO_3). Les fibres sont traitées avec une déférente solution de NaHCO_3 et différentes périodes.

Les propriétés mécaniques des composites de fibres de végétale L'analyse par diffraction des rayons X (XRD) révèle que le traitement ne favorise pas un changement complet de cellulose-I en cellulose-II. Cependant, la dégradation de l'hémicellulose et de la pectine de la surface de la fibre est mise en évidence par les courbes thermogravimétriques (TGA). Le traitement chimique contribue à augmenter la Densité de fibre et réduire sa stabilité thermique

Les essais de traction sur une seule fibre révèlent une augmentation progressive le module d'élasticité attribué au facteur temps de traitement. Les composites époxy ont présenté une traction plus élevée et résistance à la flexion par rapport au composite polyester, qui présente une traction et une flexion plus élevées Et améliorées par l'utilisation de différents traitements selon la bibliographie, nous avons analysée quelques traitements (chimique et physique) pour modifier la surface des fibres.

Conclusion général

La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse infrarouge (IRTF), rayons X (DRX), le test thermogravimétrique (TGA), et le test mécanique (traction, flexion, et teste de choc), le test de mécanique permet de voir le rapport entre la modification de la surface des fibres et leurs propriétés mécaniques.